Supplemento ordinario alla "Gazzetta Ufficiale" n. 104 del 20 aprile 1973

Spedizione in abbonamento postale - Gruppo I

GAZZETTA UFFICIALE

DELLA REPUBBLICA ITALIANA

PARTE PRIMA — ROMA - Venerdì, 20 aprile 1973 — SI PUBBLICA TUTTI I GIORNI MENO I FESTIVI

DIREZIONE E REDAZIONE PRESSO IL MINISTERO DI GRAZIA E GIUSTIZIA - UFFICIO PUBBLICAZIONE DELLE LEGGI E DECRETI - TELEFONO 650-139
AMMINISTRAZIONE PRESSO L'ISTITUTO POLIGRAFICO DELLO STATO - LIBRERIA DELLO STATO - PIAZZA GIUSEPPE VERDI, 10 - 00100 ROMA - CENTRALINO 8508

DECRETO MINISTERIALE 21 marzo 1973.

Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale.

LEGGI E DECRETI

DECRETO MINISTERIALE 21 marzo 1973.

Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale.

IL MINISTRO PER LA SANITA'

Vista la legge 13 marzo 1958, n. 296;

Visto l'art. 11 della legge 30 aprile 1962, n. 283, che attribuisce al Ministro per la sanità il potere di stabilire con proprio decreto le condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego per le sostanze che possono essere cedute dagli imballaggi, dai recipienti, dagli utensili o dagli apparecchi, ai prodotti alimentari o dai contenitori alle sostanze d'uso personale, domestico o igienico che possono essere assorbite dalla cute o dalle mucose;

Visto il proprio decreto in data 15 aprile 1966 di pari titolo;

Visti i propri decreti in data 9 marzo 1968, 10 luglio 1969 e 9 giugno 1971 che hanno aggiornato l'elenco delle resine ed additivi per materie plastiche di cui all'allegato *A* al decreto ministeriale 15 aprile 1966;

Visto il proprio decreto in data 24 maggio 1969 concernente la disciplina igienica di alcuni tipi di pellicole di cellulosa rigenerata da impiegarsi per la fabbricazione di imballaggi destinati a venire in contatto con sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale;

Considerata la necessità di provvedere ad un'organica disciplina normativa dei diversi tipi di materiali destinati a venire in contatto con gli alimenti o con sostanze d'uso personale;

Sentito il Consiglio superiore di sanità;

Decreta:

TITOLO I

DISPOSIZIONI GENERALI

Art. 1.

Con il presente decreto vengono stabilite le norme relative all'autorizzazione ed al controllo dell'idoneità degli oggetti preparati con materiali diversi e destinati a venire in contatto con sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale.

Art. 2.

Ai fini del presente decreto con il termine: « oggetti » si intendono laminati, pellicole, contenitori, recipienti, utensili, fogli, vernici, impianti, apparecchiature, strumenti di produzione, di immagazzinaggio, di trasporto o di condizionamento ed altri manufatti vari allo stato di oggetti finiti pronti per l'impiego.

« Alimenti » si intendono tutte le sostanze commestibili, solide o liquide, di origine animale, vegetale o minerale, che possono essere ingerite dall'uomo allo stato naturale, o lavorate, o trasformate o miscelate, compresi i preparati da masticare, come il « chewing gum » ed analoghi.

Art. 3.

Le norme del presente decreto si applicano ai materiali espressamente indicati negli articoli seguenti e nei rispettivi allegati, che fanno parte integrante del decreto stesso.

Gli oggetti destinati a venire in contatto con alimenti possono essere preparati esclusivamente con i costituenti indicati, per i diversi tipi di materiali, nello allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego precisate.

Art. 4.

L'inclusione nelle liste positive, previste dallo Allegato II di costituenti diversi da quelli in esse riportati è subordinata ad accertamento della loro idoneità da parte del Ministero della sanità.

A tale scopo gli interessati devono fornire gli elementi di valutazione necessari sulla base del protocollo di guida di cui all'Allegato I o delle eventuali istruzioni che saranno impartite dal Ministero della sanità.

Art. 5.

Salvo diverse indicazioni particolari riportate per i singoli materiali nel titolo II, l'idoneità degli oggetti a venire in contatto con alimenti è subordinata al controllo della migrazione (o cessione) globale e, qualora indicati per i singoli costituenti, della migrazione specifica, effettuato con le modalità indicate nell'Allegato IV ed in rapporto alla classificazione degli alimenti.

Per oggetti di capacità uguale o superiore a 250 ml, i risultati delle prove di cessione vengono riferiti alla capacità in acqua degli oggetti e vengono espressi in parti per milione (p.p.m. = mg/kg). Tali oggetti sono ritenuti idonei quando il residuo ottenuto dalle prove di cessione non superi il limite di 50 p.p.m.

Per oggetti di capacità inferiore a 250 ml, i risultati delle prove di cessione vengono riferiti alla superfice dell'oggetto e vengono espressi in mg/dm^2. Tali oggetti sono ritenuti idonei quando il residuo ottenuto dalle prove di cessione non superi il limite di 8 mg/dm^2.

Per laminati, pellicole, fogli, altri oggetti diversi da contenitori e per i provini, i risultati vengono espressi in mg/dm^2 o in p.p.m., assumendo convenzionalmente il fattore di trasformazione 6 per convertire la espressione di mg/dm^2 in p.p.m. (calcolato sulla base di un contenitore cubico di 1 dm di lato). Questi oggetti sono ritenuti idonei quando il residuo ottenuto dalle prove di cessione non superi il limite di 8 mg/dm^2 o di 50 p.p.m.

Gli stessi criteri di espressione dei risultati si applicano per il controllo dell'osservanza dei limiti di cessione specifica eventualmente indicati.

Art. 6.

Le imprese che producono oggetti destinati a venire in contatto con sostanze alimentari e preparati con le sostanze di cui al presente decreto sono tenute a controllarne la rispondenza alle norme ad essi applicabili ed a dimostrare in ogni momento di aver adeguatamente provveduto ai controlli ed accertamenti necessari.

Ogni partita deve essere corredata da dichiarazione del produttore attestante che gli oggetti di cui al comma precedente sono conformi alle norme vigenti.

Art. 7.

L'utilizzazione, in sede industriale o commerciale, di oggetti disciplinati dal presente decreto è subordinata all'accertamento della loro conformità alle norme vigenti nonchè della idoneità tecnologica allo scopo cui sono destinati.

L'impresa dovrà essere pertanto fornita della dichiarazione di conformità rilasciata dal produttore, di cui all'articolo precedente, ad essere sempre in grado di consentire all'autorità sanitaria di identificare il fornitore o il produttore dell'oggetto impiegato.

Art. 8.

Gli oggetti venduti tal quali al dettaglio, salvo quanto può essere disposto per ogni singolo materiale, debbono recare l'indicazione del nome o ragione sociale dell'impresa produttrice o dell'eventuale marchio depositato, nonchè l'indicazione in maniera visibile, leggibile e indelebile, « per alimenti » e ove vi sia limitazione di impiego per determinate sostanze alimentari o gruppi di esse, anche una dicitura dalla quale risulti la limitazione stessa.

Le indicazioni di cui sopra possono essere riportate, purchè in modo chiaramente leggibile e indelebile, su di un talloncino saldamente assicurato all'oggetto, oppure sulla confezione quando gli oggetti siano posti in vendita al dettaglio in confezione chiusa all'origine.

TITOLO II

DISPOSIZIONI RIGUARDANTI I SINGOLI MATERIALI

Capo I

OGGETTI DI MATERIE PLASTICHE

Art. 9.

Per la preparazione di oggetti di materie plastiche disciplinati dal presente decreto possono essere impiegati esclusivamente le resine e gli additivi per resine indicati nella Sezione 1 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranza di impiego eventualmente indicate per le singole voci.

Art. 10.

Le resine da impiegare per la preparazione di oggetti di materia plastica devono rispondere ai saggi indicati nell'Allegato IV, sezione 2 e sezione 3, e comunque non devono cedere sostanze ritenute nocive alla salute, come taluni monomeri, composti a basso peso molecolare, intermedi, catalizzatori, solventi, agenti emulsionanti.

Art. 11.

L'idoneità degli oggetti in materie plastiche deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica di particolari costituenti, ove previsto, con le modalità indicate nella sezione 2 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coadiuvanti tecnologici di lavorazione, con le modalità indicate nella sezione 3 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coloranti, con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti indicato nello Allegato III ed in qualsiasi condizione di durata e di temperatura tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV, la valutazione di idoneità può essere basata sulle prove di cessione con i solventi simulanti ivi indicati, a 40°C per 10 giorni e a 80°C per 2 ore, in quanto ritenute più severe.

Art. 12.

Per la colorazione degli oggetti di materie plastiche si possono utilizzare tutti i coloranti purchè essi non vengano ceduti all'alimento e non contengano metalli in quantità superiori alle seguenti percentuali:

Piombo	0,01 %	
arsenico	0,005 %	
mercurio	0,005 %	solubile in HCl N/10
cadmio	0,20 %	» » » »
selenio	0,01 %	» » » »
bario	0,01 %	» » » »

Il tenore in ammine aromatiche primarie libere non deve essere superiore allo 0,05 %.

Il controllo della migrazione dei coloranti si effettua con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV.

Art. 13.

E' vietato impiegare per la preparazione di oggetti in materia plastica destinati a venire in contatto con alimenti materie plastiche di scarto ed oggetti di materiale plastico già utilizzati.

Art. 14.

Le norme contenute nel presente decreto non si applicano alle tubazioni di materie plastiche destinate alla conduzione di acqua potabile e di acqua minerale.

Capo II

OGGETTI DI GOMMA

Art. 15.

Per la preparazione di oggetti di gomma disciplinati dal presente decreto possono essere impiegati esclusivamente i polimeri e gli additivi indicati nella sezione 2 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego eventualmente indicate per le singole voci e negli articoli seguenti.

Art. 16.

I polimeri da impiegare per la preparazione di oggetti di gomma devono rispondere ai saggi indicati nell'Allegato IV, sezione 2 e sezione 3, e comunque non devono cedere sostanze ritenute nocive alla salute, come taluni manomeri, composti a basso peso molecolare, intermedi, catalizzatori, solventi, agenti emulsionanti.

Art. 17.

L'idoneità degli oggetti di gomma deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica di particolari costituenti, ove previsto, con le modalità indicate nella sezione 2 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coadiuvanti tecnologici di lavorazione, con le modalità indicate nella sezione 3 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coloranti, con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti indicato nello Allegato III ed in qualsiasi condizione di durata e di temperatura tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV, la valutazione di idoneità può essere basata sulle prove di cessione, con i solventi simulanti ivi indicati, a 40°C per 10 giorni e a 80°C per 2 ore, in quanto ritenute più severe.

Art. 18.

Per la colorazione degli oggetti di gomma si possono utilizzare tutti i coloranti purchè essi non vengano ceduti all'alimento e non contengano metalli in quantità superiori alle seguenti percentuali:

Piombo . . .	0,01 %	
arsenico . . .	0,005 %	
mercurio . . .	0,005 %	solubile in HCl N/10
cadmio	0,20 %	» » » »
selenio	0,01 %	» » » »
bario . . .	0,01 %	» » » »

Il tenore in ammine aromatiche primarie libere non deve essere superiore allo 0,05 %.

Il controllo della migrazione dei coloranti si effettua con le modalità indicate nella sezione 7 dell'allegato IV.

Art. 19.

E' vietato impiegare per la preparazione di oggetti di gomma disciplinati dal presente decreto gomme di scarto ed oggetti di gomma già utilizzati.

Capo III

OGGETTI DI CELLULOSA RIGENERATA

Art. 20.

Le pellicole di cellulosa rigenerata in appresso indicate, da sole o accoppiate tra di loro o con altri materiali, possono essere adoperate per la fabbricazione di imballaggi destinati a venire in contatto con alimenti quando, fabbricate secondo buona tecnica industriale, rispondano alle seguenti caratteristiche:

a) pellicole di cellulosa rigenerata normale: quando siano costituite da almeno il 72 % di cellulosa rigenerata, non più del 27,4 % di ammorbidenti e non più dello 0,6 % di additivi, a condizione che gli ammorbidenti e gli additivi usati siano quelli elencati nella sezione 3 dell'Allegato II al presente decreto;

b) pellicole di cellulosa rigenerata mono e bilaccata purchè la pellicola di cellulosa rigenerata di base risponda alle caratteristiche di cui al presente punto *a*) e sul lato a contatto diretto con l'alimento non siano applicati più di 40 mg/dm² di vernice, costituita dalle resine, plastificanti per resine, altri componenti e residui di solventi di cui alla sezione 3 dell'Allegato II del presente decreto;

c) pellicole di cellulosa rigenerata accoppiate con se stesse: a condizione che la pellicola di cellulosa rigenerata normale o mono e bilaccata a contatto diretto con l'alimento risponda alle condizioni previste ai precedenti punti *a*) e *b*) ed a condizione inoltre che, come adesivi di accoppiamento siano usate esclusivamente le sostanze di cui alla sezione 3 dell'Allegato II del presente decreto;

d) pellicole di cellulosa rigenerate normali, mono o bilaccate accoppiate con altri materiali (alluminio, carta, materie plastiche e simili): a condizione che la pellicola di cellulosa rigenerata, se a contatto diretto con l'alimento, risponda alle condizioni previste in *a*) o in *b*) a seconda della sua natura; ed a condizione inoltre che, come adesivi per accoppiamento, siano usate esclusivamente le sostanze di cui alla sezione 3 dell'Allegato II.

Ai fini del controllo di idoneità la quantità di cellulosa, ammorbidenti ed additivi, nonchè di vernici delle pellicole di cellulosa rigenerata di cui ai punti *a*) e *b*) del comma precedente, sono determinate sulla pellicola anidra con le modalità di cui alla sezione 5 dell'Allegato IV del presente decreto.

Art. 21.

Per la preparazione di pellicole di cellulosa rigenerata disciplinate dal presente decreto possono impiegarsi esclusivamente le sostanze comprese nella sezione 3 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego precisate nei seguenti articoli o eventualmente indicate per le singole voci.

Art. 22.

Chi effettui l'accoppiamento di pellicole di cellulosa rigenerata di cui ai punti *a*) e *b*) del primo comma dell'art. 20, per la preparazione di materiali di imballaggio di cui ai punti *c*) e *d*) dell'articolo stesso, è tenuto ad accertarsi che la pellicola di cellulosa rigenerata usata a diretto contatto con gli alimenti risponda alle condizioni e caratteristiche per essa previste dal presente decreto e ad impiegare gli adesivi di cui alla sezione 3 dell'Allegato II.

Art. 23.

Al fine di assicurare l'adesione dei bordi delle pellicole di cellulosa rigenerata, in sede di preparazione di imballaggi finiti, è consentito l'impiego di collanti composti anche di sostanze diverse da quelle previste dal presente decreto a condizione che non si abbia alcuna fuoriuscita di essi dai bordi della pellicola sul lato destinato a venire in contatto con alimenti.

Art. 24.

Per la colorazione degli imballaggi fabbricati utilizzando le pellicole di cellulosa rigenerata disciplinate dal presente decreto, sono confermate le disposizioni di cui alla sezione *C* del decreto ministeriale 22 dicembre 1967

sulla « Disciplina dell'impiego e approvazione dell'elenco delle materie coloranti autorizzate nella lavorazione delle sostanze alimentari, delle carte e degli imballaggi di sostanze alimentari, degli oggetti d'uso personale e domestico ».

Ove la colorazione sia attuata a mezzo stampa, questa non può essere effettuata sul lato a contatto con l'alimento.

Art. 25.

Le pellicole di cui all'art. 20 devono riportare l'indicazione del lato destinato a venire in contatto con gli alimenti; ove tale dicitura manchi, ambedue le facce devono rispondere alle disposizioni vigenti.

Ai fini dell'indicazione di cui sopra, nel caso di stampa, si presume come lato destinato a venire in contatto con gli alimenti quello che non permette una corretta lettura della stampa stessa.

Art. 26.

Le pellicole di cellulosa rigenerata comunque non rispondenti alle norme stabilite nella sezione 3 sono ammesse all'impiego in contatto con alimenti subordinatamente all'osservanza delle norme stabilite nel Capo I del presente titolo.

Capo IV

OGGETTI DI CARTA E CARTONE

Art. 27.

Le carte e i cartoni disciplinati dal presente decreto possono da soli o accoppiati tra di loro o con altri materiali, o trasformati in imballaggi, essere adoperati a contatto diretto degli alimenti quando, fabbricati secondo buona tecnica industriale, rispondano alle seguenti caratteristiche:

a) *nel caso di imballaggi per alimenti dei tipi I, II, III e IV indicati nell'Allegato III*: siano costituiti da almeno il 75 per cento di materie fibrose, al massimo il 10 per cento di sostanze di carica, al massimo il 15 per cento di sostanze ausiliarie;

b) *nel caso di imballaggi per alimenti del tipo V indicati nell'Allegato III*: siano costituiti da almeno il 60 per cento di materie fibrose, al massimo il 25 per cento di sostanze di carica, al massimo il 15 per cento di sostanze ausiliarie.

Tutte le percentuali suddette, si intendono riferite alla sostanza secca.

E' ammessa la presenza, in quantità di tracce, secondo buona tecnica industriale, di coadiuvanti tecnologici di lavorazione con funzione di reattivi, agenti di dispersione, flottazione e drenaggio, agenti antischiuma e antilimo.

Le materie fibrose, le sostanze di carica, le sostanze ausiliarie, i coadiuvanti tecnologici di lavorazione che possono essere impiegati ai sensi dei commi precedenti del presente articolo sono indicati nella sezione 4 dello Allegato II.

Art. 28.

Il controllo analitico dell'idoneità all'impiego delle carte e dei cartoni di cui al precedente articolo viene effettuato secondo le modalità indicate nella sezione 6 dell'Allegato IV.

Art. 29.

Chi effettui l'accoppiamento di carte e cartoni con altre carte e cartoni o con altri materiali per la preparazione di materiali di imballaggio disciplinati dal presente decreto, è tenuto ad accertarsi che le carte e i cartoni usati a diretto contatto con gli alimenti rispondano alle condizioni e caratteristiche per essi previste dal presente decreto e ad impiegare gli adesivi indicati nella parte *D* della sezione 3 dell'Allegato II.

Art. 30.

Al fine di assicurare l'adesione dei bordi delle carte e dei cartoni, in sede di produzione di imballaggi finiti, è consentito l'impiego di collanti composti anche di sostanze diverse da quelle previste dal presente decreto a condizione che non si abbia alcuna fuoriuscita di essi dai bordi sul lato destinato a venire in contatto con alimenti.

Art. 31.

Per la colorazione delle carte e dei cartoni e degli imballaggi con essi fabbricati, sono confermate le disposizioni di cui alla sezione *C* del decreto ministeriale 22 dicembre 1967 sulla « Disciplina dell'impiego e approvazione dell'elenco delle materie coloranti autorizzate nella lavorazione delle sostanze alimentari, delle carte e degli imballaggi delle sostanze alimentari, degli oggetti di uso personale e domestico ».

Ove la colorazione sia attuata a mezzo stampa, questa non può essere effettuata sul lato a contatto con l'alimento.

Art. 32.

Con le modalità precisate dall'art. 8, per le carte e i cartoni disciplinati dal presente decreto deve essere indicato anche il lato destinato a venire in contatto con gli alimenti; ove tale indicazione manchi, ambedue le facce devono rispondere alle disposizioni vigenti.

Ai fini dell'indicazione di cui sopra, nel caso di stampa, si presume come lato destinato a venire a contatto con gli alimenti quello che non permette una corretta lettura della stampa stessa.

Art. 33.

Le carte e i cartoni comunque non rispondenti alle norme specifiche precisate nel presente capo IV sono ammesse all'impiego in contatto con alimenti subordinatamente all'osservanza delle norme previste nel capo I del presente titolo.

Capo V

OGGETTI DI VETRO

Art. 34.

Gli oggetti in vetro destinati a venire in contatto con gli alimenti e disciplinati dal presente decreto possono essere preparati esclusivamente con le categorie di vetro indicate nella sezione 5 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego previste in detto allegato per ciascuna di esse.

Art. 35.

L'idoneità degli oggetti in vetro a venire in contatto con gli alimenti deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica del piombo, ove richiesto, con le modalità indicate nella sezione 2, punto 4 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti di uso ripetuto, la determinazione della migrazione globale e della migrazione specifica viene effettuata con tre « attacchi » successivi di uguale durata, sul liquido di cessione proveniente dal terzo « attacco ».

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti, la valutazione di idoneità può essere basata, per le diverse categorie di vetro, sulle seguenti prove di cessione, in quanto ritenute più severe tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV:

per oggetti in vetro della categoria A: contatto con acqua distillata a 120°C per 30 minuti, con determinazione della migrazione globale;

per oggetti in vetro della categoria B: contatto con acqua distillata a 80°C per 2 ore, con determinazione della migrazione globale;

per oggetti in vetro della categoria C:

a) tre prove di contatto successivo con acqua distillata, ciascuna a 40°C per 24 ore, con determinazione della migrazione globale sul liquido di cessione proveniente dal terzo « attacco »;

b) tre prove di contatto successivo con soluzione acquosa di acido acetico al 3 %, ciascuna a 40°C per 24 ore, con determinazione specifica del piombo sul liquido di cessione proveniente dal terzo « attacco ».

Capo VI

OGGETTI DI ACCIAIO INOSSIDABILE

Art. 36.

Gli oggetti in acciaio inossidabile destinati al contatto con alimenti e disciplinati dal presente decreto possono essere preparati esclusivamente con i tipi di acciai inossidabili indicati nella sezione 6 dell'Allegato II del presente decreto, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego previste in detto allegato e nell'articolo seguente.

Art. 37.

L'idoneità degli oggetti in acciaio inossidabile a venire in contatto con gli alimenti deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica del cromo e del nichel, ove richiesto, con le modalità indicate nella sezione 2, punti 3 e 5 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti di uso ripetuto, la determinazione della migrazione specifica viene effettuata con tre « attacchi » successivi di uguale durata, sul liquido di cessione proveniente dal terzo « attacco ».

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti, la valutazione di idoneità può essere basata sulle seguenti prove, in quanto ritenute più severe tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV:

per oggetti destinati a contatto prolungato a temperatura ambiente: soluzione acquosa di acido acetico al 3 %, per 10 giorni a 40°C;

per oggetti destinati ad uso ripetuto, di breve durata a caldo o a temperatura ambiente: soluzione acquosa di acido acetico al 3 %, a 100°C per 30 minuti; tre « attacchi » successivi, con determinazione della migrazione globale e della migrazione specifica del cromo e del nichel sul liquido di cessione proveniente dal terzo « attacco ».

Per gli oggetti di cui al presente capo i limiti di migrazione specifica sono i seguenti: cromo (trivalente), non più di 0,1 ppm; nickel, non più di 0,1 ppm.

Capo VII

NORME FINALI E TRANSITORIE

Art. 38.

Per gli utensili, gli impianti, le apparecchiature e gli strumenti di immagazzinaggio e di trasporto le disposizioni degli articoli precedenti si applicano agli oggetti prodotti e messi in opera a partire dal 365° giorno dall'entrata in vigore del presente decreto.

Dalla data di pubblicazione dello stesso nella *Gazzetta Ufficiale* è concesso un termine di dodici mesi per la produzione e l'importazione e di diciotto mesi per lo smaltimento delle scorte di oggetti non indicati nel primo comma, destinati a venire in contatto con gli alimenti, non conformi alle presenti norme, purché cordispondano alla disciplina preesistente.

Art. 39.

Sono abrogati i decreti ministeriali 15 aprile 1966, 9 marzo 1968, 24 maggio 1969, 10 luglio 1969, 9 giugno 1971 indicati nelle premesse.

Il presente decreto entra in vigore 15 giorni dopo la sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Roma, addì 21 marzo 1973

Il Ministro: GASPARI

ALLEGATO I

Protocollo di valutazione di un nuovo componente di materiali in contatto con alimenti, avente la funzione di guida per la documentazione da prendere in considerazione al fine dell'inclusione nella lista positiva.

Nota preliminare: Il presente protocollo ha una funzione di guida. Secondo la natura e le proprietà del composto in esame può risultare in molte parti superfluo oppure richiedere ulteriori approfondimenti.

1 IDENTITÀ

1.1 *Nome* attribuito al prodotto.

1.2 *Nome chimico* (o nomi chimici sinonimi).

1.3 *Formula* numerica e formula di struttura. Peso molecolare.

1.4 *Grado di purezza* del prodotto tecnico, con indicazione delle principali impurezze.

2 PROPRIETÀ

2.1 *Fisiche.*

2.1.1 *Costanti fisiche*: stato fisico, aspetto, punto di fusione, di ebollizione, di decomposizione, punto di infiammabilità, densità, tensione di vapore, ecc.

2.1.2 *Solubilità* nei diversi solventi, particolarmente in quelli simulanti i diversi tipi di alimenti.

2.2 *Chimiche.*

2.2.1 *Stabilità* alla luce, all'aria, al calore, agli agenti chimici.

3 IMPIEGO

3.1 *Nei materiali.*

3.1.1 *Materiali* nei quali è previsto l'impiego.

3.1.2 *Funzione* che è destinato a svolgere nel materiale.

3.1.3 *Percentuale* massima d'impiego prevista.

3.1.4 *Temperatura* massima che si raggiunge nella lavorazione del materiale al quale è aggiunto.

3.1.5 Processi di *decomposizione* o di *trasformazione* del composto che possono intervenire durante la lavorazione ed indicazione dei principali prodotti di decomposizione o di trasformazione che possono essere presenti nel materiale pronto all'impiego.

3.1.6 Eventuali *processi di allontanamento* dal materiale ottenuto (lavaggio, purificazione, evaporazione, ecc.) e percentuale massima che può residuare nel materiale stesso.

3.2 *In rapporto agli alimenti* con cui verrà in contatto.

3.2.1. *Alimenti* con cui verrà in contatto (impiego generico o specifico).

3.2.2 *Condizioni di contatto*, con particolare riferimento alla temperatura ed alla durata, secondo le varie fasi di lavorazione, di contatto breve o di conservazione.

4 DATI RELATIVI ALLA CESSIONE

4.1 *Descrizione delle prove di cessione* effettuate secondo l'Allegato IV su campioni del o dei materiali contenenti il composto in esame nella concentrazione massima prevista, in relazione alle indicazioni fornite al punto 3.

4.2 *Risultati ottenuti* in base alla determinazione specifica del composto migrato e/o di suoi prodotti di decomposizione o trasformazione.

4.3 *Descrizione del metodo analitico* idoneo alla ricerca ed alla determinazione del composto e/o di suoi prodotti di decomposizione o trasformazione.

5 DATI BIO-TOSSICOLOGICI

5.1 *Tossicità acuta* per via orale, cutanea e inalatoria negli animali da esperimento.

5.2 *Tossicità cronica o subcronica.*
La sperimentazione ha lo scopo di individuare la dose sprovvista di effetti tossici, in seguito a somministrazione prolungata per via orale agli animali in esperimento (generalmente ratti), attraverso la normale dieta, e, la dose capace di produrre i primi effetti tossici.
In via generale viene predisposta una sperimentazione per la durata di 90 giorni sui ratti, a diversi livelli di concentrazione del composto in esame somministrato nella dieta o, se possibile, adoperando come veicolo gli stessi solventi simulanti, indicati nell'Allegato IV - Sezione 1/A. Tuttavia, in rapporto ai risultati ottenuti in tale sperimentazione o anche direttamente in rapporto alle proprietà già conosciute di composti appartenenti alla stessa classe chimica o comunque quando sussistano fondate ragioni, può rendersi necessaria una sperimentazione più prolungata.

5.2.1 *Elementi di valutazione.*
Data la variabilità dei possibili composti e dei possibili effetti, non è possibile prevedere uno schema rigido di elementi di valutazione. Generalmente i seguenti punti risultano interessanti:
- la sperimentazione deve essere effettuata almeno su 10 ratti maschi e su 10 ratti femmine per ogni livello di concentrazione sperimentato, e su un lotto analogo di animali da assumere come « controllo »;
- nel corso della sperimentazione si prende nota:
  - della quantità di alimento ingerita giornalmente;
  - della curva ponderale di sviluppo corporeo;
  - del controllo periodico delle urine e del sangue;
  - degli eventuali effetti macroscopici esterni;
- alla fine della sperimentazione tutti gli animali sono sezionati e subiscono un esame macroscopico e/o microscopico tendente a rivelare le eventuali alterazioni verificatesi, con particolare riguardo a:
  - peso ed eventuali alterazioni dei singoli organi e ghiandole;
  - eventuali alterazioni degli apparati;
- Prove particolari dovrebbero essere predisposte per accertare l'eventuale accumulo del composto nell'organismo, il metabolismo e l'eliminazione.

Se al termine della sperimentazione di 90 giorni si ottengono dati completamente favorevoli a livelli sufficientemente elevati in rapporto alla possibile reale contaminazione degli alimenti, non è necessario procedere a sperimentazioni più prolungate, salvo quanto detto al punto 5.2.
Se invece emerge qualche elemento negativo o di dubbio, è necessario procedere a sperimentazioni più prolungate e più approfondite, soprattutto in rapporto agli elementi da accertare.
Sia la dose sprovvista di effetti tossici uguale a N mg per kg di peso corporeo nel ratto.

5.3 *Dose massima giornaliera accettabile per l'uomo.*
In considerazione delle numerose ragioni che giustificano una grande prudenza nell'estrapolazione dei dati dagli animali in esperimento all'uomo, il calcolo della dose massima giornaliera accettabile per l'uomo si effettua dividendo la dose sprovvista di effetti tossici N per un fattore di sicurezza F, generalmente da 100 a 500, salvo diverse valutazioni in relazione a casi particolari, da stabilirsi in base al completo quadro bio-tossicologico.
Si ottiene così la dose massima giornaliera accettabile per l'uomo, riferita a 1 kg di peso corporeo (D.m.g.a.).

$$\text{D.m.g.a.} = \frac{N}{F} \text{ mg/kg}$$

Ammettendo come peso corporeo medio dell'uomo il valore di 60 kg la quantità massima giornaliera accettabile del contaminante per l'uomo è pari a:

$$\frac{N \cdot 60}{F} \text{ mg/uomo.}$$

6 VALUTAZIONE CONCLUSIVA

In generale si ammette che giornalmente venga consumato 1 kg di alimento che può venire in contatto con il materiale contenente il composto in esame. Conseguentemente il limite di contaminazione Lc nell'alimentazione è dato da:

$$Lc = \frac{N \cdot 60}{F \cdot 1{,}0} \text{ p.p.m.}$$

Per la valutazione conclusiva, se il composto può avere un impiego generalizzato in materiali che possono venire a contatto con qualsiasi tipo di alimento, si sceglie il valore più elevato ottenuto nelle prove di cessione (punto 4.2) e lo si confronta con il limite di contaminazione Lc;
- se tale valore è inferiore a quello di Lc, il composto è considerato accettabile;
- se tale valore è superiore a Lc, si considera la quantità media dei differenti tipi di alimenti interessati al contatto con il composto, che può essere giornalmente consumata, in rapporto ai rispettivi dati di cessione e si fa il totale delle contaminazioni prevedibili; se il totale è inferiore a Lc, il composto è considerato accettabile;
- se il valore delle contaminazioni prevedibili supera Lc, il composto è accettabile soltanto se è possibile stabilire adeguate restrizioni di impiego che possano ridurre la contaminazione a valori inferiori a quello di Lc.

ALLEGATO II

Elenco delle sostanze autorizzate per la preparazione di oggetti destinati al contatto con alimenti

SEZIONE 1ª: MATERIE PLASTICHE

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Parte A - Resine	
Alcool polivinilico	Se presente negli oggetti finiti in quantità superiore al 2 % non può essere impiegato per alimenti acquosi.
Cellulosa acetati	
Cellulosa acetobutirrato	
Cellulosa rigenerata	
Clorocaucciù	
Copolimeri di acetato di vinile con:	
acido crotonico	
alcool allilico	
anidride maleica	
cloruro di vinile	
laurato di vinile	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Copolimeri di butadiene con stirene e divinilbenzene	—
Copolimeri di cloruro di vinile con acetato di vinile modificato con anidride maleica e con alcool polivinilico	Se presente alcool polivinilico libero nella resina, in quantità superiore al 2 %, questa non puo essere impiegata per alimenti acquosi.
Copolimeri di cloruro di vinile con nitrile acrilico	
Copolimeri di cloruro di vinile con cloruro di vinilidene	
Copolimeri di cloruro di vinile con etere cetilvinilico	
Copolimeri di cloruro di vinilidene con nitrile acrilico	
Copolimeri di due o più dei seguenti composti:	
acetato di vinile	
acido acrilico, acido itaconico, metacrilico, maleico e crotonico	
acrilammide	
alcooli allilico e polivinilico	Se presente alcool polivinilico libero nella resina, in quantità superiore al 2 %, questa non puo essere impiegata per alimenti acquosi.
anidride ftalica e maleica	
butadiene	
clorobutadiene	
cloruri di vinile e di vinilidene	
esteri acrilici, fumarici, maleici e metacrilici	
isoprene	
nitrile acrilico	
nitrile metacrilico	
olefine	
stirene e/o alfametilstirene	
Copolimeri di etilene con butene	
Copolimeri di etilene con propilene	
Copolimeri di nitrile acrilico con divinilbenzene (1)	
Copolimeri di alfametilstirene con viniltoluene	
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con nitrile acrilico	
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene e butadiene	
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con butadiene e nitrile acrilico	
Copolimeri di stirene con divinilbenzene (1)	
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con metilmetacrilato	
Copolimeri di tetrafluoroetilene con esafluoropropilene	
Copolimero metilmetacrilato-butadiene stirene-divinilbenzene	
Etilcellulosa	
Gomma naturale	
Nitrocellulosa	
Polibetapinene	
Polibutadiene	
Policlorotrifluoroetilene	
Polietilene ad alta, media e bassa densità	
Polietilene clorurato	
Polietilenglicole tereftalato	
Poliisobutilene	

1) Con questa voce non si fa riferimento alle resine scambiatrici di ioni.

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Polimeri degli acrilati e metacrilati di butile, etile e metile	Gli oggetti finiti devono essere sottoposti a lavaggio con acqua a temperatura ambiente, per due ore. Da detto lavaggio sono esclusi i film ed i rivestimenti di spessore inferiore a 0,2 mm.
Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più acidi organici mono o policarbossilici sottoelencati con uno o più degli alcooli polivalenti sottoelencati, reticolati con stirene e/o alfametilstirene e monomeri vinilici:	Gli oggetti finiti devono essere sottoposti a lavaggio con acqua calda a 80°C per tre ore. Da detto lavaggio sono esclusi i film ed i rivestimenti di spessore inferiore a 0,2 mm.
Acidi:	
acetico	
acrilico	
adipico	
caprilico	
crotonico	
ftalico e isomeri	
fumarico	
grassi di cocco	
grassi di tallolio	
itaconico	
maleico	
palmitico	
sebacico	
stearico	
Alcooli:	
1,3-butilglicol	
n-decil alcool	
glicerina	
glicoli mono e dietilenico	Purché l'oggetto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
glicoli mono e dipropilenico	
glicol trietilenico	
isodecilalcool	
neopentilglicol	
n-ottilalcool	
pentaeritrite	
sorbitolo	
trimetilolpropano	
bisfenolo	
Polipropilene	
Polistirene	
Politetrafluoroetilene	
Poliuretani: prodotti ottenuti per reazione dei seguenti composti:	Purchè l'oggetto finito non ceda isocianati liberi e glicol etilenico
poliestere derivato dalla condensazione di acido adipico e glicol etilenico	
1,5-naftilendiisocianato, oppure 4,4'-difenilmetanodiisocianato, oppure toluilendiisocianato	
1,4-butandiolo, trimetilolpropano, 2,3-butilenglicole, diidrossidietiletere dell'idrochinone e loro derivati di condensazione con ossido di propilene	
Polivinile acetato	
Polivinilbutirrale	
Polivinile cloruro	
Polivinilidene cloruro	
Polivinilisobutiletere	
Polivinilmetiletere	
Polivinil-terz. butiletere	
Prodotti di condensazione del tipo estere tra colofonia, acido maleico e citrico con polialcooli contenenti nella molecola da tre a sei atomi di C	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Prodotti di condensazione di:	
4,4'-diossidifenil-2,2'-propano	
4,4'-diossidifenil-1,1'-cicloesano	
difenilcarbonato con fosgene	
Prodotti di condensazione di (Poliammidi):	
acido omega-amminoundecanoico	
caprolattame	
esametilendiammina con acido adipico e/o sebacico	
etilendiammina con acido grasso	
polimeri di soja	
copolimeri dei suddetti prodotti tra loro	
Prodotti di condensazione di formaldeide con melammina	Nel caso di stoviglie, il limite consentito: 1 μg di formaldeide per ml di soluzione e per cm^2 di superficie. Gli oggetti finiti devono essere sottoposti a lavaggio con acqua a temperatura ambiente, per due ore. Da detto lavaggio sono esclusi i film ed i rivestimenti di spessore inferiore a 0,2 mm.
Prodotti di condensazione di formaldeide con urea	
Resina policiclopentadienica idrogenata	
Resine epossidiche	
Resine fenoliche da sole o modificate con resine gliceroftaliche, epossidiche o polivinilbutirraliche o con alcool butilico	Per vernici e smalti
Resine gliceroftaliche modificate con olio e stirene e/o alfametilstirene	
Resine maleiche modificate con colofonia ed acido abietico	
Resine melamminiche modificate con alcool butilico	Per vernici e smalti
Resine poliacetaliche	
Resine ureiche modificate con alcool butilico	Per vernici e smalti

Parte B - Additivi per materie plastiche

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Acetil-tri-2-etilesil-citrato	
Acetil-tributil-citrato	
Acetil-trietil-citrato	
Acido arachico	
Acido beenico	
Acido benzoico	
Acido citrico	
Acido fosforico	
Acido ftalico	
Acido lignocerico	
Acido maleico	
Acido oleico	
Acido palmitico	
Acido salicilico	
Acido solforicinico	
Acido sorbico e suoi sali di calcio e potassio	
Acido stearico	
Acido tartarico	
Alcool cetilico	
Alcool laurilico	
Alcool ottadecilico	
Alluminio ossido	
Amianto	
Amido	
Ammidi dell'acido oleico, palmitico, stearico, linoleico	Nel caso di guarnizioni in quantità complessiva non superiore al 2 per cento; in altri casi in quantità complessiva non superiore a 0,1 per cento sulla materia plastica.
Ammide dell'acido erucico	In quantità non superiore a 0,2 per cento sulla materia plastica.
Ammonio alginato	
Ammonio bicarbonato	
Anidride cromica	Come ancorante per politetrafluoroetilene su utensili da cucina in alluminio o in vetro e purché il cromo migrabile non superi il limite di 0,05 ppm.
Azodicarbonammide	Nel caso di guarnizioni in quantità non superiore a 2 per cento sulla materia plastica. In altri casi con le condizioni previste dall'articolo 7.
Bario solfato	
Bentonite	
Bis-stearo-etilendiammina	Per guarnizioni in quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica; per PVC e per polietilene in quantità non superiore a 0,5 per cento; in altri casi non superiore a 0,2 per cento sulla materia plastica.
Butile stearato	
Butile tartrato	
Butil-ftail-butilglicolato	
4,4'-butiliden-bis (3-metil-6-terz.-butil-fenil-di-tridecilfosfito)	Per polietilene e polipropilene, in quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica.
Calcio benzoato	
Calcio carbonato	
Calcio cloruro	
Calcio fosfato	
Calcio ossido	
Calcio propionato	
Calcio solfato	
Canfora	
Caolino	
Carbossimetilcellulosa	
Caseina	
Cellulosa	
Cera carnauba	
Cera d'api	
Cera montana	
Cetilpiridinio cloruro	Per polipropilene ed in quantità non superiore a 0,4 per cento sulla materia plastica.
Colofonia	
Cresoli butilati, stirenati, butilstirenati con peso molecolare medio 312	In quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica.
Destrina	
Dibutile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5 % sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Dibutile sebacato	
Dicetil-tiodipropionato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
Dicicloesile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Dietile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Di-2-etilesile adipato	
Di-2-etilesile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5 % sul prodotto finito per alimenti ad alto contenuto in acqua, quali succhi, conserve, emulsioni di olio in acqua con un con-

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
	tenuto massimo di olio del 5%, e conseguentemente non per maionese margarina, burro e formaggi.
Di-2-etilesile sebacato	
Difeniltiourea	Per P.V.C. rigido e copolimeri di cloruro di vinile con acetato di vinile, esenti da plastificanti ed in quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica e purché il prodotto finito non ceda difeniltiourea.
2,2-Di-idrossi-4-metossi-benzofenone	In quantità non superiore a 0,3% sulla materia plastica.
Di-isobutile adipato	
Di-isodecile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Di-isoottile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito per alimenti ad alto contenuto in acqua quali i succhi, conserve, emulsioni di olio in acqua con un contenuto massimo di olio del 5%, e conseguentemente non per maionese margarina, burro e formaggi.
Di-lauril-tio-dipropionato	In quantità non superiore allo 0,5% sulla materia plastica.
Dimetilcicloesile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Dimetilpolisilossani	Esenti da cloro e gruppi alcossi-idrolizzabili; perdita in peso non superiore al 18% per riscaldamento per 4 ore a 200°C; viscosità 300 cst a 25°C; peso specifico 0,96-0,97 a 25°C; indice di rifrazione 1,400-1,404 a 25°C.
Dimetossietile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti grassi.
Di-miristil-tiodipropionato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
Distearil-(4-idrossi-3-metil-5-terz. butil)-benzil-malonato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
Di-stearil-tio-dipropionato	In quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica.
2,6-Di-terz. butil-paracresolo	
Estere dell'acido beta-ammino crotonico con 2,2'-idrossidietilensolfuro	Per P.V.C. rigido e i suoi copolimeri a prevalente contenuto in P.V.C., esenti da plastificanti, ed in quatità non superiore al 2 per cento in totale, sulla materia plastica.
Estere di glicol dietilenico con acido stearico	Per alimenti solidi secchi.
Estere metilico della colofonia idrogenata	
Esteri dell'acido beta ammino-crotonico con 1,4-butilen glicole e con alcooli della serie grassa da C_{16} a C_{18}	Per P.V.C. rigido e i suoi copolimeri a prevalente contenuto in P.V.C. esenti da plastificanti, in quatità non superiore a 3 per cento.
Esteri dell'acido montanico con etandiolo e 1,3-butandiolo	Purché l'oggetto finito non ceda glicol etilenico.
Esteri di glicerina e sorbitolo con acido erucico, linoleico, miristico, oleico, pelargonico, palmitico, ricinoleico, stearico.	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
2-Etilesile difenilfosfato	
Etil-ftalil-etilglicolato	
Farina di guar	
Farina fossile	
Fenile salicilato	
2-Fenilindolo	In quantità non superiore a 1 per cento sulla materia plastica.
Ferro ossidi	
Gelatina animale commestibile	
Glicerina	
Glicol dietilenico	Per alimenti solidi secchi.
Glicol propilenico	
Glicol trietilenico	
Glicoli polietilenici	Con peso molecolare tra 400 e 4000 e purché l'oggetto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Glicoli polipropilenici	
Gomma adragante	
Grafite	
Idrossianisolo butilato	
2-(2'-idrossi-3',5'-di-terz. butil-fenil)-5-cloro-benzotriazolo	Per polietilene e polipropilene, in quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica.
2-(2'-idrossi-3'terz. butil-5'-metil-fenil)-5-cloro-benzotriazolo	Nel caso di polietilene e polipropilene in quantità non superiore a 0,5 per cento; negli altri casi in quantità non superiore a 0,2 per cento sulla materia plastica.
Idrossietilcellulosa	
2-(2'-idrossi-5-metilfenil)-benzotriazolo	In quantità non superiore a 0,2% sulla materia plastica.
2-idrossi-4-metossi-benzofenone	In quantità non superiore a 0,3% sulla materia plastica.
2-idrossi-4-n-ortossibenzofenone	Per polietilene e polipropilene, in quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica e con esclusione dallo impiego per alimenti oleosi o grassi o contenenti oltre il 20% di alcool etilico;
Lecitina di soja	
Magnesio benzoato	
Magnesio carbonato	
Magnesio fosfato	
Magnesio ossido	
Manganese idrossido	
Mannitolo	
Metilcellulosa	
2,2'-Metilen-bis-(4-etil-6-terz. butilfenolo)	
2,2'-Metilen-bis-(4-metil-6-terz. butilfenolo)	
1,1,3-(2-metil-4-idrossi-5-terz. butilfenil)-butano	In quantità non superiore a 0,2% sulla materia plastica.
Metile paraossibenzoato	
Metile salicilato	Per resine acriliche ed in quantità non superiore a 0,4 per cento sulla materia plastica.
Metilidrossietilcellulosa	
Metilidrossipropilcellulosa	
Molibdeno bisolfuro	
Nero di carbone (Carbon black)	Con estratto benzenico non superiore a 0,1% e rispondente ai limiti massimi di assorbimento nell'U.V. indicati nel metodo riportato nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 3.
Olio di soja epossidato	Con numero di iodio inferiore a 8 e contenuto in ossigeno ossiranico da 6 a 7%.

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego —
N,N'-bis (2-idrossietil)-alchil-(C_{14}-C_{18})-ammina	Come agente antistatico per resine poliolefiniche in quantità non superiore a 0,2% sulla materia plastica.
N,N,N',N'-Tetrakis (2-idrossipropil)-etilendiammina	Per polimeri e copolimeri dello stirene in quantità non superiore allo 0,15%.
Olio di vaselina	Corrispondente ai saggi della F.U. VII ed. ed esente da idrocarburi policiclici aromatici nei limiti riportati dal metodo analitico indicato nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 2.
Oli siliconici	
Oli vegetali di cotone	
Oli vegetali di lino	
Olio di ricino e suoi prodotti di disidratazione, idrogenazione e/o condensazione con acidi adipico, sebacico e ftalico	
Orto-difenilglicidiletere	Per film di copolimeri cloruro di vinile-cloruro di vinilidene, in quantità non superiore a 0,3% sulla materia plastica.
n-Ottadecil-beta (4'-idrossi-3,5-di-terz. butilfenil)-propionato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
iso-Ottile-epossi-stearato	
2-n-Ottiltio-4,6-di (4'-idrossi-3',5'-di-terz. butil) fenossi-1,3,5-triazina	
Paraffina	Conforme ai requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1.
Paraffina clorurata	
Pectina	
Pentaeritrite	
Polietilene adipato	
Polietilenimmina	Per cellulosa rigenerata mono e bilaccata e per propilene come agente ancorante; in quantità non superiore a 0,005 mg/cmq purché il prodotto finito non ceda etilenimmina.
Polietilenglicol monostearato	Purché il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Polimeri derivati dalla esterificazione dell'acido azelaico con alcooli n. esilico e 2-etilesilico	
Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più acidi organici mono o policarbossilici sottoelencati con uno o più degli alcooli polibasici pure sottoelencati:	Purché il prodotto finito non ceda monomeri o composti a basso peso molecolare:
Acidi:	
acetico	
acrilico	
adipico	
caprilico	
crotonico	
ftalico e isomeri	
fumarico	
grassi di cocco	
grassi di tallolio	
itaconico	
maleico	
palmitico	
sebacico	
stearico	
Alcooli:	
1,3-butilglicol	
isodecilalcool	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego —
n.decilalcool	
glicerina	
glicoli mono, di- e polietilenico	Purché l'oggetto finito non ceda glicoli mono o dietilenico.
glicoli mono, di- e polipropilenico	
glicol trietilenico	
n.ottil alcool	
pentaeritrite	
sorbitolo	
bisfenolo	
Poliossietilen-20-sorbitan monooleato	In quantità non superiore a 1% sulla materia plastica.
Polipropilene adipato	
Polivinile etiletere	Viscosità 0,5-0,8 c.P. all'1% in benzene a 20°C.
Potassio caprinato	
Potassio capronato	
Prodotti di condensazione del sorbitolo e/o ossido di etilene	Purché l'oggetto finito non ceda glicol etilenico.
Prodotto di condensazione dell'alcool n.dodecilico con ossido di etilene (1:9,5)	Come agente antistatico per resine poliolefiniche, in quantità non superiore a 0,1% sulla materia plastica.
Propilenglicole alginato	
Propil gallato	
Sale potassico dell'acido maleico semiesterificato con l'alcool cetilico	
Silicati e silicati idrati di alluminio, calcio e magnesio	
Silice	
Sodio acetato	
Sodio alginato	
Sodio benzoato	
Sodio carbonato	
Sodio dodecilbenzensolfonato	Nel caso di guarnizioni e mastici in quantità non superiore a 2% sulla materia plastica. In altri casi con le condizioni previste dall'articolo 10.
Sodio fosfato	
Sodio propionato	
Sodio solfato	
Sodio solfito	
Sodio solforicinato	
Sorbitolo	
Stagno-diottile-bis-(2-etilesilmaleato) (derivati monomerici e polimerici)	Per P.V.C. rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in P.V.C. esenti da plastificanti, ed in quantità non superiore a 1,5%, in totale, sulla materia plastica e purché l'oggetto finito non ceda i composti tal quali o loro derivati.
Stagno-diottile-bis-(2-etilesil-tioglicolato) (derivati monomerici e polimerici)	
Stagno-diottile-bis-(isoottile-tioglicolato)	
Stagno-diottile-1,4-butandiol-di-tioglicolato	
Stagno-diottile-tiobenzoato, 2-etilesil-tioglicolato	
Stearati, palmitati, ricinoleati eptanoati, ottoati di calcio, magnesio litio, manganese, alluminio, zinco, sodio, potassio.	
Stearil-(3,5-dimetil-4-idrossi benzil)-tioglicolato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
Talco	
4-Terz.butil-fenil-salicilato	
Tetrakis-/metilen-(3,5-di-terz.butil-4-idrossi-idro-cinnamato)/-metano	Per resine poliolefiniche, in quantità non superiore a 0,5 per cento sulla materia plastica.
4,4'-Tio-bis-(6-terz.butil-metacresolo)	
Titanio biossido	
Triacetina	
Tributil-citrato	
Trietil-citrato	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
1,3,5-Trimetil-2,4,6-tris-(3,5-di-terz butil-4-idrossibenzil)-benzene	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
1,1,3-Tris-(2-metil-4-di-tridecilfosfito-5-terz.-butil-fenil)butano addizionato di difenilfosfito	Per polietilene e polipropilene in quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
Tris-(mono e/o dinonil)-fenilfosfito	Per materie plastiche esenti da plastificanti ed in quantità non superiore a 0,3%.
Urea	
Vetro fibre	
Zinco ossido	
Zinco resinato	

SEZIONE 2: GOMME (*)

Parte A - Elastomeri

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Polimeri e copolimeri ottenuti da:	
a) Monomeri dienici	
Butadiene	
Clorobutadiene	
2,3-Diclorobutadiene	
Isoprene	
1,3-Pentadiene	
Ciclopentadiene	
Metilpentadiene	
Esadiene	
Cicloottadiene	
Diciclopentadiene	
Metilennorbornene	
Etilennorbornene	
b) Olefine	
Etilene	
Propilene	
Buteni	
Isobutene	
Penteni	
c) Monomeri diversi da *a*) e *b*)	
Stirene	
Alfametilstirene	
Divinilbenzene	
Acrilonitrile	
d) Monomeri per elastomeri speciali	
Acetato di vinile	
Acidi grassi (C_8-C_{24}) saturi, insaturi e ossidrilati	
Acido acrilico e sali di sodio e di ammonio	
Acido adipico e sali di sodio e di ammonio	
Acido azelaico	
Acido crotonico e sali di sodio e di ammonio	
Acido ftalico (orto, iso, tere) e sali di sodio e di ammonio	
Acido fumarico e sali di sodio e di ammonio	
Acido itaconico e sali di sodio e di ammonio	
Acido linoleico	
Acido maleico e sali di sodio e di ammonio	
Acido metacrilico e sali di sodio e di ammonio	
Acido sebacico	
Acido vinilsolfonico e sali di sodio e di ammonio, e ammide	
Acrilammide	
Acrilato di metile	
Acrilato di etile	
Acrilato di butile	
Acrilato di glicidile	
Alcool allilico	
Bisfenolo	
1,4 e 2,3-Butandiolo	
Cloroetilvinilacetato	
Cloroetilviniletere	
Cloruro di vinile	
Cloruro di vinilidene	
3,3' - Dicloro-4-4'-diammino-difenilmetano	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
Dietilenglicol	Purché il prodotto finito non ceda glicol dietilenico.
Dietossidiidrochinone	Saggio limite dei fenoli.
2,4 e 2,6-Difenilmetandiisocianato	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
1,3-Dimetilpropandiolo	
Epicloridrina	
Esafluoropropene	
Esametilendiammina	
Esametilendiisocianato	
1,6-Esandioli	
Etandiolo	Purché il prodotto finito non ceda glicol etilenico.
Etilendiammina	
Fluoruro di vinilidene	
Glicerina	
1-Idropentafluoropropene	
Metacrilammide	
Metacrilato di metile	
Metacrilato di etile	
Metacrilato di butile	
Glicol dimetacrilato	
Metilolacrilammide	
1,5-Naftilendiisocianato	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
Neopentilglicol	
Organopolisilossani con gruppi:	
Metilici	
Vinilici	
Fenilici	
Fluorurati	
Ossido di etilene	
Ossido di propilene	
Pentaeritrite	
1,2-Propandiolo	
1,3-Propandiolo	
Sorbitolo	
Tetrafluoroetilene	
2,4-Toluidendiisocianato	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
2,6-Toluidendiisocianato	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
Trietilenglicol	
Trifenilmetandiisocianato	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
Trimetilolpropano	
e) Altre sostanze macromolecolari:	
Resine maleichemodificate con colofonia ed acido abietico	
Resine terpeniche da dipentene, alfapinene, betapinene	
Alcool polivinilico	
Clorocaucciù	
Gomma ciclizzata	
Gomma naturale	
Polietilene clorosolfonato	
Polivinilpirrolidone	
Prodotti esteri fra colofonia, acido maleico e citrico con polialcooli C_8-C_6	

(*) La presente lista non fa riferimento alle dispersioni di gomma ed agli oggetti con esse preparati.

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
f) Agenti acceleranti per la reticolazione:	
Acido benzoico	
Acido stearico	
Acido salicilico	
Metilxantogenato di sodio e zinco	Saggio limite degli xantogenati.
Etilxantogenato di sodio e zinco	
Isopropilxantogenato di sodio e zinco	
Butilxantogenato di sodio e zinco	
Pentametilenxantogenato di sodio e zinco	
Anidride ftalica	
Carbammato di esametilendiammina	
Carbonati di zinco	
Cicloesiletilammina	
Dimetilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	Saggio limite dei ditiocarbammati.
Dietilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
Dibutilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
Etilfenilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
Pentametilenditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
Difenilguanidina	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie.
Di-ortotolilguanidina	
Disolfuro di benzotiazile	Saggio limite del disolfuro di benzotiazile.
Esametilentetrammina	Saggio limite della formaldeide.
Formaldeide	
Laurato di zinco	
Maleato di zinco	
Mercaptobenzimidazolo e sali di zinco	Saggio limite delle ammine aromatiche secondarie.
2-Mercaptobenzotiazolo e sale di zinco	Saggio limite del mercaptobenzotiazolo.
Tetrametiltiourame mono e disolfuro	Saggio limite dei tiourami.
Tetraetiltiourame disolfuro	
Dimetildifeniltiourame	
Tetrametiltiourame mono e disolfuro	
Ortotolilbiguanide	Saggio limite delle ammine aromatiche secondarie.
Ossido di alluminio	
Ossido di calcio	
Ossido di magnesio	
Ossido di zinco	
Perossidi, idroperossidi, peracidi, persali e perchetali	Saggio limite dei perossidi.
Piperazina	
Prodotto di condensazione di aldeide cinnamica ed esametilendiammina	
Prodotti di condensazione di formaldeide con:	Saggio limite della formaldeide e dei fenoli.
Fenolo	
Cresoli	
Xilenoli	
Resorcina	
Melammina	
Resorcina	
Stearato di zinco	
Tetrasolfuro di pentametilentiourame	Saggio limite dei tiourami.
Esasolfuro di pentametilentiourame	
Tiocarbanilide	
Trietanolammina	
Zolfo	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Parte B - Additivi per elastomeri.	
Acetato di sodio	
Acido laurico	
Acido oleico	
Acido palmitico	
Acido sorbico e sali di calcio e potassio	
Alcool cetilico	
Alcool ottodecilico	
Argille	
Azodicarbonammide	
Bentoniti	
Benzoato di ammonio e sodio	
Biossido di titanio	
Butilbenzilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Caolini	
Carbonato di calcio	
Carbonato di magnesio	
Cere microcristalline	Aventi i requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1.
Colofonia	
Colofonie disproporzionate	
Colofonie esterificate con glicerina e pentaeritrite	
Colofonie idrogenate	
Dibutilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Dibutilsebacato	
Di-2-etilesile adipato	
Di-2-etilesile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Di-2-etilesile sebacato	
Dietilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Diisobutile adipato	
Diisodecile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Diisoottilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito, non per alimenti grassi.
Estere metilico della colofonia idrogenata	
Acido tiodipropionico	
Ditiopropionato di cetile	
Ditiopropionato di laurile	
Ditiopropionato di stearile	
2,6-Di-terz. butil-4-metilfenolo	
2 e 3-Terz. butil-4-idrossianisolo	
Gallato di dodecile	
Gallato di ottile	
Gallato di propile	
2,2'-Metilenbis-(4-etil-6-terz. butilfenolo)	
2,2'-Metilenbis-(4-metil-6-terz. butilfenolo)	
n.-Ottadecil-beta (4'-idrossi-3, 5-di-terz. butilfenil)-propionato	
2-n-Ottiltio-4,6-/(4'-idrossi-3',5'-di-terz. butil)-fenossi/-1, 3, 5-triazina	
1, 3, 5-Trimetil-2, 4, 6-tris-(3', 5'-di-terz. butil-4'-idrossibenzil)-benzene	
1, 1, 3-(2'-metil-4'-idrossi-5'-terz. butil-fenil)-butano	
Tris(mono e/o dinonil)-fenilfosfito	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Fenoli e/o metilfenoli condensati con stirene e/o alfametilstirene	
Tetrakis/metilene (3,5-di-terz. butil-4-idrossi-idrocinnamato)/-metano	
Lecitina	
Nero di carbone	Requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 3.
Oli minerali paraffinici	Requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 2.
Oli siliconici	
Oli vegetali ed animali	
Olio di soja epossidato	
Paraffine	Requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1.
Poliglicoli	Purché il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più acidi organici mono e policarbossilici sottoelencati, con uno o più alcooli mono e polivalenti pure sottoelencati:	
Acidi	
Acetico	
Acrilico	
Adipico	
Azelaico	
Caprinico	
Crotonico	
Ftalico e isomeri	
Fumarico	
Grassi di cocco	
Grassi di tallolio	
Itaconico	
Maleico	
Palmitico	
Sebacico	
Stearico	
Alcooli	
Bisfenolo	
Butandioli	
Butilalcooli	
Cicloesilalcoole	
N. decilalcoole	
Esandioli	
Glicerina	
Glicoli mono, di e polietilenico	Purché il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Glicoli mono, di e polipropilenico	Purché il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Isodecilalcoole	
Neopentilglicol	Purché il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico.
Ottilalcooli	
Pentaeritrite	
Sorbitolo	
Silicati e silicati idrati di alluminio, calcio e magnesio	
Silice e silici idrate	
Siliconi in emulsione	
Solfato di bario	Bario solubile in HCl 0,1N: al massimo 0,01 per cento.
Solfato di calcio	
Sorbato di potassio	
Talco	
Urea	

SEZIONE 3: CELLULOSA RIGENERATA

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Parte A - Costituenti delle pellicole di cellulosa rigenerata normale.	
Cellulosa rigenerata	Contenuto minimo: 72% sulla cellulosa rigenerata normale anidra.
Ammorbidenti:	Contenuto massimo complessivo: 27,4% sulla cellulosa rigenerata normale anidra.
Glicerina	
Glicole propilenico	
Glicole trietilenico	
Glicoli polietilenici con peso molecolare da 200 a 4000	
Sorbitolo	
Urea	
Additivi:	
Acido acetico	Quale regolatore di pH.
Acido citrico	
Acido formico	Quale regolatore di pH.
Acido lattico	Quale regolatore di pH.
Sodio propionato	
Acido silicico	
Ammidi dell'acido beenico, erucico, linoleico, oleico, palmitico e stearico	
Esteri di glicerina e/o sorbitolo con acido erucico, ftalico, linoleico, miristico, oleico, pelargonico, palmitico, ricinoleico e stearico	Contenuto massimo complessivo: 0,6% sulla cellulosa rigenerata normale anidra.
Esteri di glicole di- e trietilenico con acido stearico	
Polietilenammino-stearammide-etil-solfato	
Polietileneimmina	
Prodotti di condensazione di formaldeide e melammina	
Silice	
Talco	
Parte B - Vernici per pellicole mono o bilaccate	Complessivamente in quantità non superiore a 40 mg/dm² sul lato in contatto con l'alimento.
Resine:	
Colofonia e colofonia polimerizzata	
Polimeri e copolimeri di due o più dei seguenti composti:	
Acetato di vinile	
Acido acrilico, crotonico, ftalico, itaconico, metacrilico e loro esteri	
Anidride maleica	
Alfametilstirene, butadiene, divinilbenzene e stirene	
Cloruri di vinile e vinilidene	
Nitrili acrilico e metacrilico	
Olefine	
Estere del glicole dietilenico col prodotto di addizione di betapinene e/o dipentene e/o diterpene e anidride maleica	
Etilcellulosa	
Nitrocellulosa	
Polibetapinene	
Poliuretani	
Prodotti di condensazione del tipo estere fra colofonia, acido maleico e citrico con polialcoli contenenti nella molecola da 3 a 6 atomi di C	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Prodotti di condensazione di formaldeide con urea	
Prodotti di condensazione di formaldeide e toluolsolfonammide	
Resina Damar	
Resine epossidiche	
Resine gliceroftaliche modificate con olio e stirene	
Resine maleiche con colofonia e acido abietico	
Resine ureiche modificate con alcool butilico	
Plastificanti per resine	
Acetiltributilcitrato	
Butilftalilbutilglicolato	
Dibutil e Diisobutilftalato	
Dicicloesilftalato	
2-Etilesildifenilfosfato	
Dimetilcicloesilftalato	
Metilftaliletilglicolato	
Polietilene adipato	
Polipropilene adipato	
Altri componenti ausiliari (oltre quelli indicati alla Parte A sotto la voce «Additivi»).	
Acido ascorbico e suoi sali di calcio e di potassio	
Acido salicilico	
Acido sorbico e suoi sali di calcio e di potassio	
Acido arachico, beenico, itaconico, lignicerico, maleico, oleico, palmitico, ricinoleico e stearico	
Amido	
Bis-stearoetilendiammino	
Butilidrossianisolo	
Butilidrossitoluolo	
Calcio cloruro	
Caseina	
Cera carnauba	
Cera montana	
N,N'-dioleiletilendiammina	
Eptanoati e ottoati, palmitati, ricinoleati e stearati di alluminio, calcio, litio, magnesio, manganese, potassio, sodio, zinco	
Estere di pentaeritrite con acido stearico	
Esteri dell'acido montanico con etandiolo e/o 1,3-butandiolo	
Gelatina commestibile	
Olio di ricino e suoi prodotti di disidratazione, idrogenazione e/o condensazione con acidi adipico, ftalico e sebacico	
Olii siliconici	
Ossidi, silicati e silicati idrati di alluminio, calcio e magnesio	
Paraffina	Corrispondente ai requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1.
Polialchilenammine cationiche reticolate	
Propilgallato	
Sodio laurilsolfato	
Stearilmonoetanolammina stearato	
Titanio biossido	
Vaniglina ed etilvaniglina	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Parte C - Solventi	
Acetati di butile, etile, isobutile, isopropile, metile, propile	Secondo buona tecnica industriale.
Acetone	
Alcooli: butilico, etilico, 2-etilesilico, isobutilico, isopropilico, metilico e propilico	
Cicloesano	
Cicloesanone	
Diossano	
Eptano	
Esano	
Metilene cloruro	
Metiletilchetone	
Metilisobutilchetone	
2-Nitropropano	
Ottano	
Tetracloroetilene	
Tetraidrofurano	
Toluolo	
Tricloroetilene	
Xilolo	
Etilenglicole -monobutiletere, -monoetiletere, -monometiletere e loro acetati	
Polipropilenglicole - monobutiletere	
Parte D - Adesivi di accoppiamento (oltre alle sostanze di cui alle parti A, B e C della presente Sezione)	
Acido abietinico, suoi esteri e sali di sodio e potassio	
Alcool abietinico e suoi esteri	
Alcool polivinilico	
Butil-caucciù	
Carbossimetilcellulosa	
Carbossimetilidrossietilcellulosa	
Cellulosa acetobutirrato ed acetato	
Cere microcristalline	Corrispondenti ai requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1.
Ceresina e ozocherite purificata	
Diisoottil- e diottil-ftalato	
Polimeri degli acrilati di etile, butile e metile	
Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più degli acidi mono- e poli-carbossilici sottoelencati con uno o più degli alcoli polivalenti pure sottoelencati, reticolati con stirene e/o alfametilstirene e monomeri vinilici:	
acidi: acrilico, adipico, caprilico, crotonico, ftalico e isomeri, fumarico, grassi di cocco, grassi di tallolio, itaconico, maleico, sebacico	
alcooli: glicerina, glicoli mono- e dietilenico, trietilenico, mono e di-propilenico, neopentilglicol, pentaeritrite, sorbitolo, trimetilolpropano, bisfenolo	

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Polimeri e copolimeri derivati dalla polimerizzazione di uno o più dei seguenti composti:	
acido acrilico e suoi esteri	
acido crotonico e suoi esteri	
acido maleico e suoi esteri	
etilene	
vinilacetato	
vinileteri	
vinilpropionato	
Sodio benzoato	
Triacetina	

SEZIONE 4: CARTE E CARTONI

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Parte A - Costituenti delle carte e dei cartoni	
1) Materie fibrose:	Per alimenti dei tipi I, II, III e IV: almeno 75 per cento; per alimenti del tipo V: almeno 60 per cento.
materie fibrose cellulosiche di primo impiego, naturali (meccaniche, chimiche, semichimiche; gregge, bianchite, semibianchite) o artificiali	
materie fibrose sintetiche di primo impiego	Non più del 20 per cento sulle materie fibrose e comunque rispondenti alle norme del presente decreto.
materie fibrose cellulosiche provenienti da carte, cartoni e altri manufatti cartari	Soltanto per alimenti del tipo V e a condizione che le carte e i cartoni con esse preparate corrispondano alle prescrizioni del presente decreto.
2) Sostanze di carica:	Per alimenti dei tipi I, II, III e IV: al massimo 10%; per alimenti del tipo V; in totale al massimo 25%.
carbonati di calcio e di magnesio	
solfoalluminati di calcio (bianco satin)	
biossido di silicio, ossidi e silicati di alluminio, sodio, potassio, calcio e magnesio	
solfato di calcio	
solfato di bario	Bario solubile in HCl 0,1N: al massimo 0,01 %
biossido di titanio	
3) Sostanze ausiliarie	In totale al massimo 15% di cui 10% solubili o parzialmente solubili in acqua e/o solvente e 5% insolubili in acqua e/o solvente (*)
a) *solubili e/o parzialmente solubili in acqua e solvente*	
anidridi di acidi grassi da C_{12} a C_{24} e loro sali di alluminio, magnesio, calcio, sodio e potassio	
alchilchetene dimero con radicale alchilico da C_{10} a C_{18}	Al massimo 0,5%
cere microcristalline e paraffine	Aventi i requisiti di purezza indicati nell'allegato IV, Sezione 4, punto 1.
cloruri di calcio e di sodio	
urea	
glicerina	
zuccheri e alcooli degli zuccheri	

(*) per «solvente» si intende la miscela etanolo: benzene 1 : 2.

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
polietilenglicol	Con peso molecolare superiore a 200 ed esente da mono e dietilenglicol
polipropilenglicol	Con peso molecolare superiore a 200
eteri della cellulosa	
alginati e mannogalattani	
acido benzoico e suoi sali di sodio e potassio	Non rivelabili al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sezione 3, punto 6.
acido sorbico e suoi sali di sodio, potassio e calcio	
acido propionico e suoi sali di sodio, potassio e calcio	
olio di vasellina	Avente i requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, punto 2.
alcool polivinilico	Non per alimenti dei tipi I, III e IV.
organopolisilossani con gruppi metilici e/o fenilici	Viscosità minima a 200°C: 100 Cst.
colofonia, tallolio raffinato e loro derivati con acido maleico e/o fumarico	
amidi e fecole, nativi o modificati, loro eteri e loro esteri dell'acido fosforico, ad esclusione di quelli modificati con acido borico	
b) *insolubili in acqua e solvente:*	
resine urea-formaldeide e melammina-formaldeide	Cessione massima totale di formaldeide: 1 mg/dm².
polietilenimmina	Al massimo 0,5% e purché il prodotto finito non ceda etilenimmina.
polialchilenammine cationiche reticolate	
caseina, proteine di soja o di mais, esenti da boro	
complessi di cromo trivalente	Cessione massima di cromo trivalente: 0,1 p.p.m. o 0,02 mg/dm².
Parte B: Coadiuvanti tecnologici di lavorazione	
Acidi: solforico, cloridrico, acetico, lattico, tartarico e loro sali di sodio, potassio, alluminio e calcio	
acido formico e suoi sali di sodio, potassio e alluminio	Non rivelabili al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sezione 3, punto 6.
alluminati di sodio e di calcio	
cloruri e solfati di ferro	
tannino	
esametilentetrammina	Cessione massima di formaldeide: 1 mg/dm².
prodotti di condensazione di acidi solfonici aromatici con formaldeide	Cessione massima totale di formaldeide: 1,0 mg/dm².
prodotti di condensazione di urea, diciandiammide, melammina con formaldeide	Dose di impiego al massimo 1,0 %; cessione massima totale di formaldeide: 1,0 mg/dm².
poliacrilammide	Contenente non più di 0,2% di acrilammide monomero; dose di impiego al massimo 0,3%.
sali di metalli alcalini dell'acido etilendiamminotetracetico e suoi omologhi	
sali di sodio, potassio, calcio e magnesio di acidi lignìnsolfonici	
polivinilpirrolidone	Con peso molecolare minimo 11.000.

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
	—
alcooli alifatici da C_8 a C_{24}	
mono e polifosfati alcalini	
alchilsolfonammidi da C_{12} a C_{20}	
olio di pino raffinato	
cloriti	
perossidi bisolfito di sodio ortofenilfenolo e ortofenilfenato sodico ditiocarbammati alcalini 1,2-benzilisotiazolin-3-one 2-bromo-4'-idrossiacetofenone 2-idrossipropilmetantiosolfonato 2-tiocianometil-tiobenzotiazolo	Non rivelabili al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sezione 3, punto 6.

SEZIONE 5: VETRO

Categorie di vetro autorizzate all'impiego	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego —
Categoria A: vetri borosilicati e sodico-calcici, incolori o colorati	Per contenitori in qualsiasi condizione di contatto con gli alimenti, compresa la sterilizzazione.
Categoria B: vetri sodico-calcici, anche opacizzati (vetro opale bianco o colorato)	Per contenitori e vasellame da utilizzare in condizioni di contatto non superiori a 80°C.
Categoria C: vetri al piombo	Per vasellame e bicchieri destinati a contatto breve e ripetuto; limite di cessione di piombo: 0,3 p.p.m.

SEZIONE 6: ACCIAI INOSSIDABILI

Tipi di acciai inossidabili autorizzati all'impiego

I seguenti tipi di acciai inossidabili possono essere impiegati in contatto con alimenti; ciascun tipo viene indicato con la sigla che ne caratterizza la composizione chimica secondo l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (Norma UNI 6900, 1971) e secondo l'American Iron and Steel Institute (manuale A.I.S.I., revisione 1969).

UNI			A.I.S.I.
—			—
———	corrispondente	a	202
X12CrNi17 07	»	»	301
X10CrNi18 09	»	»	302
X10CrNiS18 09	»	»	303
———	»	»	303 Se
X5CrNi18 10	»	»	304
X2CrNi18 11	»	»	304 L
X8CrNi18 12	»	»	305
———	»	»	308
X5CrNiMo17 12	»	»	316
X2CrNiMo17 12	»	»	316 L
X6CrNiTi18 11	»	»	321
X6CrNiNb18 11	»	»	347
X12Cr13	»	»	410
X12CrS13	»	»	416
X20Cr13	»	»	420
X30Cr13	»	»	420
X40Cr14	»	»	420
X8Cr17	»	»	430
X10CrS17	»	»	430 F
X16CrNi16	»	»	431

ALLEGATO III

Classificazione convenzionale degli alimenti in funzione delle prove di cessione da effettuare sui materiali destinati al contatto con alimenti.

Ai fini della scelta del o dei solventi da impiegare nelle prove di cessione, da effettuare sui materiali destinati al contatto con alimenti, gli alimenti stessi sono convenzionalmente divisi nei seguenti tipi:

Tipo I: alimenti che possono esplicare un'azione estrattiva paragonabile a quella di un veicolo acquoso, acido o non acido. Nell'ambito di questo tipo si opera una ulteriore suddivisione, determinando caso per caso il pH dell'alimento:

I/a: se l'alimento ha un pH superiore a 5;

I/b: se l'alimento ha un pH uguale o inferiore a 5.

Tipo II: alimenti che possono esplicare un'azione estrattiva paragonabile a quella di un veicolo oleoso o grasso.

Tipo III: alimenti che possono esplicare un'azione estrattiva paragonabile nello stesso tempo a quella di un veicolo acquoso (acido o non acido) ed a quella di un veicolo oleoso o grasso. Vale anche in questo caso la distinzione di pH indicata al Tipo I.

Tipo IV: alimenti che possono esplicare un'azione estrattiva paragonabile a quella di un veicolo alcoolico. Sono inclusi in questo tipo gli alimenti con un contenuto alcoolico uguale o superiore al 5 per cento. Vale anche in questo, caso la distinzione di pH indicata al Tipo I.

Tipo V: alimenti che, per il loro stato fisico, per la loro forma e consistenza, determina un contatto discontinuo, per punti, incapace di provocare un'azione estrattiva significativa.

TIPO I

1. *Acqua e derivati*

Acqua
Ghiaccio
Ghiaccioli

2. *Alimenti liquidi*

Bevande e infusi vegetali, quali quelli a base di caffè, tè, camomilla e simili
Birra contenente meno del 5 per cento di etanolo
Vino contenente meno del 5 per cento di etanolo
Mosti e filtrati dolci
Sciroppi
Sidro contenente meno del 5 per cento di etanolo
Succhi di frutta semplici o concentrati
Latte intero e latte scremato
Altre bevande gassate o non gassate, contenenti meno del 5 per cento di etanolo

3. *Derivati di frutta e di altri vegetali*

Frutta sciroppata
Frutta candita
Marmellate, gelatine e confetture di frutta
Mostarda di frutta
Pasta d'agrumi
Pomodori pelati e concentrati di pomodoro
Gelati di frutta
Melassa
Aceto e sottaceti
Vegetali conservati in mezzo acquoso
Vegetali conservati in salamoia
Altre conserve e semiconserve vegetali (con esclusione di quelle all'olio o contenenti condimenti grassi, o all'alcool)

4. *Carni e uova*

Carni fresche di ogni specie zoologica, compresi i volatili e la selvaggina
Carni salate, affumicate, congelate, altrimenti conservate
Uova sode sgusciate
Uova congelate sgusciate

5. *Vari*

Miele
Torrone
Fondents e simili
Baccalà bagnato e filetti di baccalà
Latticini in liquido acquoso
Latti acidi e loro associazioni con frutta e con derivati di frutta

TIPO II

1. *Oli e grassi*

Olio di oliva e olio di semi
Burro
Margarina e grassi idrogenati
Altri oli e grassi animali e vegetali
Oli essenziali

2. *Latticini*

Formaggi molli (con esclusione di quelli in liquido acquoso), semi-duri e duri

3. *Alimenti contenenti olio o grasso liberi*

Conserve animali o vegetali all'olio
Alimenti fritti

TIPO III

1. *Alimenti carnei*

Prosciutto e prodotti simili
Insaccati freschi, stagionati, cotti, affumicati
Carne in scatola
Pasticcio di carne
Altre conserve di carne

2. *Pesce e derivati*

Pesce fresco
Pesce salato (con esclusione di quello essiccato), affumicato, cotto, congelato, altrimenti conservato
Molluschi e crostacei freschi e conservati
Altre conserve e semiconserve ittiche

3. *Derivati del latte*

Latte, condensato, latte evaporato
Budino
Crema di latte, panna
Crema di pasticceria

4. *Vari*

Maionese
Insalata russa
Gelati (con esclusione di quelli alla frutta)
Alimenti omogeneizzati
Oli e grassi emulsionati
Condimenti pronti
Tartine e sandwich contenenti alimenti elencati nei tipi I, II, e III
Conserve miste animali e vegetali
Pasticceria fresca, contenente crema, cioccolato, marmellata, confetture, frutta sciroppata
Minestre essiccate
Cioccolato, derivati e succedanei del cioccolato
Dadi per brodo

TIPO IV

1. *Alcoolici*

Vini comuni e vini speciali (con esclusione di quelli contenenti meno del 5 per cento di etanolo)
Vinello contenente il 5 per cento o più di etanolo
Liquori
Acqueviti
Etanolo
Birra contenente il 5 per cento o più di etanolo
Sidri contenenti il 5 per cento o più di etanolo
Altre bevande contenenti il 5 per cento o più di etanolo

2. *Alimenti conservati in mezzo alcoolico*

TIPO V

1. *Cereali e derivati*

Cereali
Farine
Amidi e fecole
Paste alimentari
Pop-corn, corn-flakes e simili
Orzo torrefatto in grani e in polvere
Ravioli, gnocchi di patate e simili

2. *Alimenti da forno*

Pane
Grissini
Crakers
Biscotteria
Altri alimenti da forno (panettoni, pandolci e simili)

3. *Frutta, ortaggi e derivati*

Ortaggi freschi, secchi, congelati, surgelati
Frutta fresca, secca, congelata, surgelata
Funghi freschi e secchi
Tartufi

4. *Vari*

Latte in polvere
Farine lattee
Polveri per acqua da tavola
Uova in polvere
Lieviti secchi
Presame
Zucchero
Caramelle, confetti
Sale alimentare
Pesce essiccato
Caffè in grani e in polvere
Cacao in polvere
Spezie (chiodi di garofano, cannella, noce moscata, zafferano, origano, pepe e simili)
Erbe aromatiche ed erbe medicinali (camomilla, malva, menta, tè, tiglio e simili)
Altri alimenti in grani e in polvere.

ALLEGATO IV

Metodi analitici

SEZIONE I — DETERMINAZIONE DELLA MIGRAZIONE GLOBALE

A. — NORME GENERALI

1. *Solventi simulanti da usare per le prove di migrazione*

Tipo di alimenti		Solventi simulanti
Tipo I :	a) pH > 5	acqua distillata
	b) pH ≤ 5	soluzione acquosa al 3 per cento di acido acetico o, nel caso di una concentrazione superiore di acido acetico, alla concentrazione reale.
Tipo II :		olio di girasole
Tipo III:	a) pH > 5	come per il tipo II e soluzione stillata
	b) pH ≤ 5	come per il tipo II e soluzione acquosa al 3 per cento di acido acetico o, nel caso di una concentrazione superiore di acido acetico, alla concentrazione reale.
Tipo IV:	a) pH > 5	soluzione acquosa di etanolo alla concentrazione reale di impiego, ma non inferiore al 15 per cento.
	b) pH ≤ 5	soluzione acquosa di etanolo alla concentrazione reale, non inferiore al 15 per cento, contenente anche il 3 per cento di acido acetico.
Tipo V :		nessun solvente simulante (nessuna prova di cessione)

2. *Condizioni delle prove (durata e temperatura) da scegliere in rapporto alle condizioni di contatto nell'impiego reale.*

<table>
<tr><th rowspan="2">Condizioni di contatto nell'impiego reale</th><th colspan="5">Condizioni di prova</th></tr>
<tr><th>acqua dist.</th><th>ac. acetico</th><th>olio di girasole</th><th>etanolo</th><th>etanolo + ac. acetico</th></tr>
<tr><td>Contatto prolungato:</td><td colspan="5"></td></tr>
<tr><td>inferiore a + 5°C</td><td colspan="5">5°C - 10 giorni</td></tr>
<tr><td>da 5 a 40°C</td><td colspan="5">40°C - 10 giorni</td></tr>
<tr><td>Contatto breve:</td><td colspan="5"></td></tr>
<tr><td>contatto momentaneo a temp. amb.</td><td colspan="5">40°C - 2 ore</td></tr>
<tr><td>contatto breve a temp. amb.</td><td colspan="5">40°C - 24 ore</td></tr>
<tr><td>da 40°C a 80°C</td><td colspan="5">80°C - 2 ore</td></tr>
<tr><td>da 80°C a 100°C</td><td colspan="3">100°C - 30 minuti</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td>al di sopra di 100°C</td><td colspan="3">120°C - 30 minuti</td><td>—</td><td>—</td></tr>
</table>

B. — METODO DI EFFETTUAZIONE DELLE PROVE NEL CASO DEI SOLVENTI ACQUOSI

1. *Campione di prova.*

Recipienti: riempirli con il solvente di prova, precondizionato alla temperatura richiesta, coprire con vetro d'orologio e lasciare in autoclave o nel termostato, per la durata ed alla temperatura indicate sotto il punto A/2.

Films: utilizzare la cella A.S.T.M. o equivalente.

Capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura: da esaminare unitamente al recipiente al quale sono destinati (v. punto B/3).

Oggetti in generale aventi una forma ed una funzione differenti dal vero recipiente: adottare un rapporto superficie/volume il più possibile vicino al reale e ad ogni modo compreso tra 2 e 0,5. La superficie esposta al solvente deve essere sufficientemente rappresentativa.

2. *Determinazione della migrazione globale.*

La determinazione della migrazione globale è effettuata per il controllo degli oggetti finiti.

Il liquido proveniente dalla prova di migrazione, riunito, all'occorrenza, è evaporato (o distillato) fino a un volume molto piccolo, quindi travasato nella capsula tarata, nella quale si completa l'evaporazione del solvente a bagnomaria. Le ultime tracce di solvente sono eliminate in stufa, a 105°C, fino a peso costante. Raffreddare in essiccatore per 30 minuti e pesare (*e*). Effettuare parallelamente una prova in bianco con un volume uguale di solvente; sottrarre il peso di questo residuo per correggere *e*.

Calcolo: La migrazione globale è calcolata con la formula:

$$Q = \frac{e}{s} \cdot \frac{a}{v} \cdot 1000$$

Dove:

Q = risultato, espresso in p.p.m.
e = peso del residuo globale
s = superficie messa in contatto con il solvente, in dm^2
a = superficie reale dell'oggetto, in dm^2
v = volume reale dell'alimento in contatto con l'oggetto considerato, in g di acqua.

Se si vuole esprimere la migrazione in mg/dm^2; si adotta la formula:

$$Q' = \frac{s}{e}$$

nella quale *e* ed *s* hanno lo stesso significato sopra indicato.

Quando la prova è effettuata su un provino in assenza dell'oggetto finito, la conversione dell'espressione in mg/dm^2 in p.p.m. può essere ottenuta moltiplicando per 6 il valore di Q'.

Nel caso di oggetti ad uso breve e ripetuto, la determinazione della migrazione globale è effettuata dopo 3 prove di contatto, sulla soluzione proveniente dalla terza prova.

3. *Casi particolari.*

Capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura in materia plastica per contenitori in vetro.

Le prove di cessione su capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura in materia plastica per contenitori in vetro devono essere effettuate, caso per caso unitamente ai contenitori ai quali gli stessi elementi di chiusura sono destinati.

A tale scopo prelevare un minimo di 10 contenitori uguali muniti del rispettivo elemento di chiusura (capsula, guarnizione, tappo o simile). Praticare un foro sul fondo dei contenitori, lavarli con un getto di acqua di fonte e successivamente con acqua distillata ed asciugarli. Quindi chiudere fermamente ogni contenitore con il rispettivo elemento di chiusura, porlo in posizione rovesciata e riempirlo attraverso il foro, fino a cm 1 dalla parete superiore forata, con il solvente prescelto, precedentemente portato alla temperatura indicata. La parte superiore forata viene coperta con un vetro da orologio.

Nel caso di contenitori di capacità superiore a ml 500, adottare tutte le condizioni sopraindicate con un volume di solvente in ml 500 per ogni contenitore.

In tali condizioni portare i contenitori in, adatto termostato e lasciarli alla temperatura voluta, per il tempo indicato nella tabella 2.

Per le temperature più elevate e comunque per le prove con olio di girasole, fare uso di autoclave termostatata. Successivamente operare come indicato al punto B/2.

Il residuo di cessione per contenitore non deve superare le 50 p.p.m. riferite alla capacità del contenitore espressa in g di acqua.

Per il calcolo si applica la seguente formula:

$$Q = \frac{e}{v} \cdot 1000$$

Dove:

Q = residuo di cessione, riferito ad una capsula o simile ed al rispettivo contenitore esaminati, espresso in p.p.m.;
e = peso del residuo in mg, riferito ad una capsula o simile ed al rispettivo contenitore (peso del residuo totale diviso per il numero delle capsule o simili esaminate). Fare una prova in bianco utilizzando il contenitore senza tappo e dedurre la cessione eventualmente dovuta alla superficie in vetro esposta.
v = volume del contenitore, espresso in g di acqua.

C. — METODO PER LA DETERMINAZIONE DELLA MIGRAZIONE GLOBALE NEGLI ALIMENTI GRASSI

1. *Principio del metodo.*

Il campione in esame di peso e superficie noti, viene posto in contatto con olio di girasole, adottando le condizioni operative (durata, temperatura) specificate nella tabella 2 del presente Allegato, in relazione alle condizioni reali di impiego. Allo scadere del tempo di contatto, il campione è accuratamente asciugato e pesato.

L'olio eventualmente assorbito dal campione, estratto con triclorotrifluoroetano, in via ordinaria viene determinato iodometricamente su metà dell'estratto, in base alla misura dell'indice di iodio ed in confronto con determinazione parallela effettuata sullo stesso campione estratto con tricloro-trifluoroetano (prova in bianco).

Se nella prova in bianco si verifica consumo di iodio, l'olio è determinato dosando, per via gascromatografica sull'altra metà dell'estratto, l'estere metilico di uno degli acidi grassi presenti, (palmitico, stearico, oleico, linoleico).

L'olio così determinato viene detratto dal peso del campione dopo il contatto con l'olio. La differenza tra il peso iniziale ed il peso finale corretto esprime la migrazione nell'olio.

2. *Materiali e reattivi.*

— Tubi in vetro a fondo tondo, diametro interno 35 mm, lunghezza 200 mm escluso lo smeriglio, con cono e tappi normalizzati 34/35
— Supporti per provini in acciaio inossidabile del diametro di 1 mm, secondo disegno riportato in Fig. 1
— Piani liscio, in vetro o metallo, di alcuni dm^2
— Rullo di gomma, del tipo da laboratorio fotografico
— Carta da filtro, Whatman N. 1
— Pinze per microscopio, in acciaio inossidabile
— Beute da 500 ml secondo disegno riportato in Fig. 2
— Beute da 1000 ml con cono e tappo normalizzati 34/35
— Normale vetreria da laboratorio
— 2 Essiccatori per condizionamento:
a) contenente sul fondo la soluzione al 35% (v/v) di H_2SO_4 (corrispondente all'umidità relativa del 50% circa)
b) contenente sul fondo la soluzione del 20% (v/v) di H_2SO_4 (corrispondente all'umidità relativa dell'80 % circa)
— Termostato
— Bilancia analitica
— (Agitatore meccanico)
— Gascromatografo a ionizzazione di fiamma e accessori relativi
— Olio di girasole a contenuto noto di insaturi e acidi grassi
— Tricloro-trifluoroetano distillato a 47,6°C ±
— Soluzione acquosa di KI al 10%
— Soluzione di $Na_2S_2O_3$ 0,1 N
— Reattivo di Wijs. Preparazione del reattivo di Wijs: si disciolgono circa 9 g di tricloruro di iodio in 1 litro di una miscela costituita da 700 ml di acido acetico glaciale e da 300 ml di tetracloruro di carbonio. Si determina il contenuto in alogeni della soluzione operando come segue: si prelevano 5 ml della soluzione e, in una beuta, si addizionano di 5 ml di una soluzione al 10% di KI e di 30 ml di acqua distillata. Si titola con soluzione di tiosolfato di sodio 0,1 N, in presenza di salda d'amido. Si prende nota del valore trovato. Alla soluzione di tricloruro di iodio si aggiungono 10 g di iodio in polvere e si agita fino a completa soluzione. Di nuovo si determina il contenuto in alogeni della soluzione con il metodo sopra descritto si dovrebbe ottenere un valore di almeno una volta e mezzo quello iniziale. E' importante oltrepassare leggermente questo limite per accertarsi che non resti alcuna traccia di tricloruro di iodio, che potrebbe rendere la soluzione instabile e potrebbe essere causa di reazioni secondarie.

Si filtra attraverso filtro di vetro poroso oppure si decanta il liquido limpido. Lo si diluisce con acido acetico glaciale o con soluzione acido acetico-tetracloruro di carbonio, fino a che 5 ml della soluzione equivalgano esattamente a 10 ml della soluzione di tiosolfato di sodio 0,1 N. La soluzione, tenuta al riparo della luce in bottiglia scura e ben chiusa, si conserva inalterata per più mesi.

— Acido solforico d 1,84
— Metanolo puro per analisi
— Etere di petrolio p.eb. 30—50°C.

3. *Procedimento.*

3.1. Campione di prova.

La prova si effettua, quando possibile, sull'oggetto finito, oppure su lastre piane di spessore di 0,5 mm circa, ottenuta con lo stesso materiale e nelle stesse condizioni di lavorazione e di invecchiamento.

Nel caso di materiale omogeneo, una lastrina 10x10 cm pari a 2 dm^2 di superficie nei due lati) viene tagliata in quattro provini di circa 2,5x10 cm. Alle estremità di ogni provino, in corrispondenza del supporto (vedi Fig. 1), vengono praticati due fori a bordo netto, di diametro di 3 mm circa.

Nel caso di materiali non omogenei, sotto forma di fogli o laminati, può essere adottata la cella A.S.T.M. (A.S.T.M. - Tentative Method F-34 - 63 T), che permette di determinare la migrazione riferita ad una sola faccia.

Nel caso di oggetti finiti, valgono le norme generali indicate sul punto B.

3.2. Trattamento preliminare.

I provini vengono puliti dall'eventuale polvere superficiale o mediante lavaggio con acqua distillata o mediante carta da filtro asciutta nel caso di materiali che possono assorbire umidità.

I provini lavati vengono asciugati tra due fogli di carta da filtro, pressandoli con rullo di gomma fino a che non compaiano più macchie di umidità sulla carta.

3.3. Primo condizionamento.

N. 4 provini vengono posti, in un becher di peso tarato da 100 ml circa, in un essiccatore condizionato all'80% circa di umidità relativa. Dopo 24 ore vengono pesati (± 0,1 mg). Sia P_1 il peso ottenuto per i 4 provini.

- Quindi vengono posti in un secondo essiccatore condizionato al 50% circa di umidità relativa, per altre 24 ore. Si pesano nuovamente. Sia P_2 il nuovo peso ottenuto.

p è la differenza $P_1 - P_2$.

Se, nel caso di lastre piane, $p > 1$ mg/dm^2, ovvero, nel caso di un contenitore, rispetto alla sua capacità in g di acqua, $p > 6$ p.p.m., il condizionamento al 50% circa di umidità relativa dovrà essere ripetuta dopo il contatto con olio, secondo quanto indicato 3.4 3.5.

3.4. Contatto con l'olio di girasole.

Nel caso di lastre piane, i 4 provini vengono collocati, aiutandosi con le pinze, sul supporto metallico (Fig. 1), in modo da risultare tesi e ben separati l'uno dall'altro

Si introduce il supporto con i provini nel tubo di vetro. Si versano nel tubo 100 ml di olio di girasole. Particolari adattamenti saranno opportunamente scelti nel caso di provini aventi dimensioni diverse, facendo in modo, comunque, che il rapporto superficie/volume resti compreso tra i valori da 0,5 — 2. Nel caso di materiali molto sottili e leggeri può essere opportuno aumentare il numero dei tubi e dei provini allo scopo di ottenere valori sufficientemente significativi. Lo stesso intervallo di rapporto superficie/volume deve essere osservato anche nel caso di contenitori, eventualmente riempiendoli parzialmente.

Il tubo viene posto in termostato alla temperatura e per la durata prescelte.

Effettuare parallelamente una prova in bianco, costituita dalla stessa quantità di olio, priva del campione in esame, esposto alle stesse condizioni di temperatura e di durata.

Scaduto il tempo di contatto, estrarre i provini, lasciarli gocciolare, toglierli dal supporto con le pinze e asciugarli tra due fogli di carta da filtro Whatman N. 1, sul piano liscio, premendo con il rullo di gomma e ripetendo l'operazione fino a che la carta da filtro non presenti più macchie di grasso.

I provini asciugati vengono posti nello stesso becher tarato da 100 ml, già indicato al punto 3.3.

3.5. Secondo condizionamento.

Se p (v. punto 3.3) è risultato superiore ai limiti indicati, porre il becher con i provini nell'essiccatore condizionato al 50% di umidità relativa, per 24 ore. Ciò può essere omesso nel caso di p uguale o inferiore ai limiti indicati.

In ogni caso pesare (± 0,1 mg) i provini nel becher Sia P_3 il peso dei 4 provini.

3.6. Estrazione dell'olio assorbito dal campione.

Mediante le pinze, porre i provini in una beuta munita di tappo a smeriglio, da 1000 ml, con 90 ml di tricloro-trifuoroetano. Effettuare l'estrazione per 48 ore, agitando manualmente o con agitatore meccanico, di tanto in tanto.

Per alcuni materiali (quali, ad esempio le gomme), una estrazione può non essere sufficiente ed è quindi necessario ripeterla, con le stesse modalità, fino ad ottenere un estratto privo di olio (rilevabile per via iodometrica o gascromatografica).

Nel caso di più estrazioni, riunire i primi estratti sui quali si effettua una determinazione unica, al cui valore saranno aggiunti i valori ottenuti per i successivi.

I provini e la beuta vengono infine lavati con altri 10 ml di tricloro-trifluoroetano, riunendo il solvente di lavaggio agli estratti.

3.7. Campione testimone (E).

Parallelamente effettuare una prova in bianco, ponendo un campione identico, preparato come descritto al punto 3.1, trattato come al punto 3.2 e condizionato come al punto 3.3 (quindi escluso il contatto con olio) in contatto con lo stesso volume di tricloro-trifluoroetano impiegato per estrarre l'olio dal campione di prova. Si procede ad estrazione secondo le stesse modalità seguite per il campione di prova. Tale estratto è destinato all'esame per via iodometrica (punto 4) ed eventualmente per via gascromotografica (punto 5).

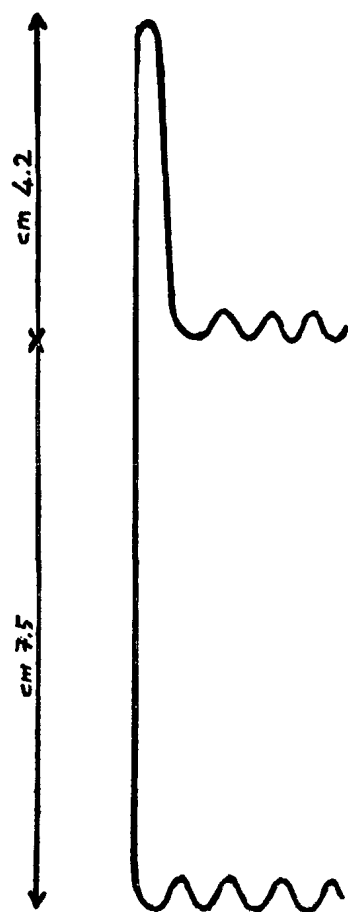



Fig 1

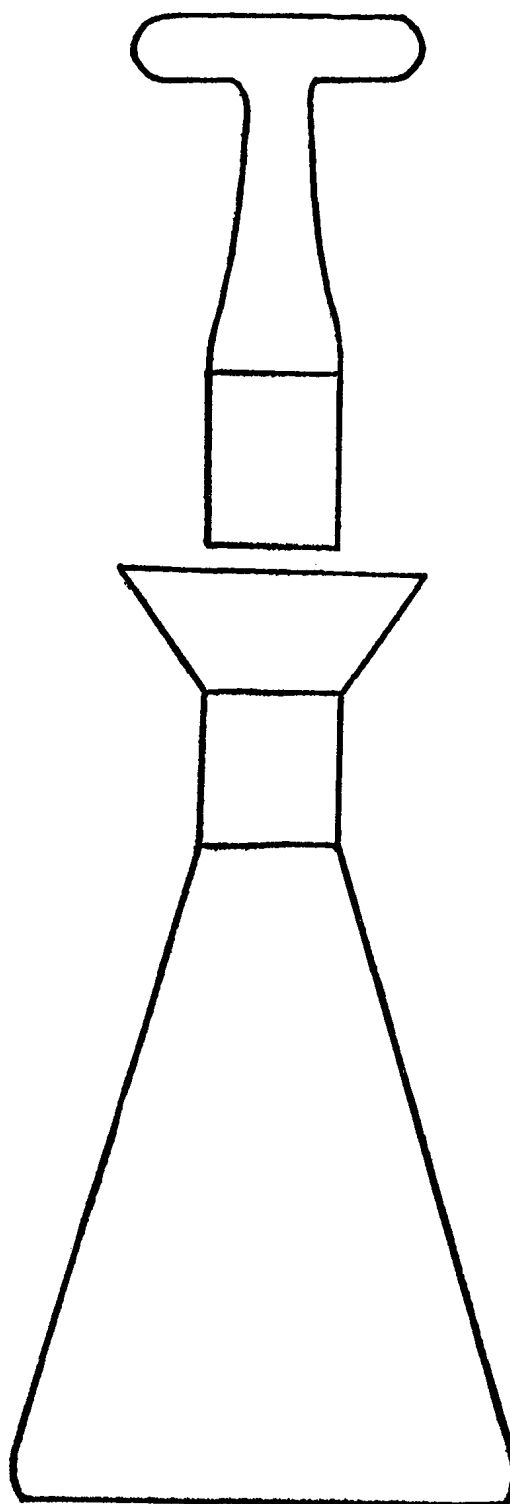



Fig. 2

4 *Determinazione iodometrica dell'olio assorbito dal campione.*

4.1. Determinazione preliminare dell'indice di iodio dell'olio (I_H).

Pesare (± 0,1 mg) direttamente in una beuta da iodio (Fig. 2) circa 100 mg di olio proveniente dalla prova in bianco indicata al punto 3.4.3.4. Aggiungere 100 ml di tricloro-trifluoroetano, chiudere la beuta ed agitare per ottenere una soluzione omogenea.

Introdurre nella beuta 20 ml di reattivo di Wijs e 5 ml di soluzione di KI.

Chiudere la beuta con l'apposito tappo e porre nell'apposita svasatura della beuta da iodio, 5 ml di soluzione di KI. Mettere la beuta al riparo dalla luce e lasciare a sè per 2 ore (± 5 minuti).

Allo scadere del tempo, aprire con cautela la beuta permettendo alla soluzione di KI di scorrere nell'interno. Aggiungere, lavando il tappo, altri 10 ml di soluzione di KI e 150 ml di acqua distillata. Agitare e titolare lo iodio con una soluzione di $Na_2S_2O_3$ 0,1 N in presenza di salda d'amido aggiunta verso la fine della titolazione. Alla fine della titolazione agitare vigorosamente per estrarre lo iodio disciolto nella fase organica.

Nota: E' indispensabile avere un eccesso di reattivo di Wijs corrispondente ad un volume finale di $Na_2S_2O_3$ 0,1 N di almeno 28 ml. Se così non fosse si deve ricominciare la determinazione riducendo la quantità di olio. Tuttavia ciò in genere non si verifica con una quantità di olio di girasole fino a 110 mg.

L'indice di iodio I_H è dato da:

$$I_H = 0{,}1269 \times n(d-a) \times \frac{100}{p}$$

Dove:

I_H = indice di iodio espresso in g di iodio/100 g di olio

n = normalità esatta di $Na_2S_2O_3$

d = volume di $Na_2S_2O_3$ impiegato per 20 ml di reattivo di Wijs

a = volume di $Na_2S_2O_3$ impiegato per titolare la quantità p di olio

p = peso in g di olio prelevato nella prova.

4.2 Determinazione del consumo di iodio del campione in esame (F)

L'intero estratto *in tricloro-trifluoroetano* è diviso in due aliquote uguali.

Su una metà dell'estratto si esegue la titolazione esattamente come descritto al punto 4.1, a partire dal secondo capoverso.

La quantità in g di iodio, F, fissata dall'intero estratto in tricloro trifluoroetano e data da:

$$F = 0{,}1269 \times n2(d - b)$$

dove n e d hanno lo stesso significato sopra indicato e b è il volume di $Na_2S_2O_3$ impiegato per titolare l'aliquota corrispondente alla metà dell'estratto.

4.3. Determinazione del consumo di iodio della prova in bianco (E).

L'intero estratto indicato al punto 3.7 è diviso in due aliquote uguali. Su una metà dell'estratto si esegue la titolazione esattamente come descritto al punto 4.1, a partire dal secondo capoverso.

La quantità in g di iodio, E, fissata dall'intero estratto in tricloro-trifluoroetano è data da:

$$E = 0.1269 \times n2(d - c)$$

dove n e d hanno lo stesso significato sopra indicato e c è il volume di $Na_2S_2O_3$ impiegato per titolare l'aliquota corrispondente alla metà dell'estratto.

Se E risulta positivo e tale da influire sul risultato finale per più di 2 mg/dm², si effettua la determinazione gascromatografica descritta al punto 5.

4.4. Calcolo.

La quantità di olio P_H assorbita dal campione e determinata per via iodometrica si ottiene applicando la relazione:

$$P_H = \frac{F - E}{I_H} \times 100$$

Pertanto, la migrazione globale M, espressa in mg/dm², è ottenuta applicando la relazione:

$$M = \frac{P_2 + P_H - P_3}{S} \times 1000 \text{ (in mg/dm}^2\text{)}$$

Dove:

P_2 = peso in g del campione in esame dopo il condizionamento iniziale al 50% di umidità relativa

P_H = peso in g dell'olio assorbito

P_3 = peso in g del campione in esame dopo il contatto con l'olio ed eventuale secondo condizionamento

S = superficie in dm² messa in contatto con l'olio

Volendo esprimere in p.p m. il valore trovato, si moltiplica per 6 il valore già espresso in mg/dm².

Per riportare il valore della migrazione al rapporto reale superficie/volume che si determina in pratica nell'oggetto finito si utilizza la formula indicata al punto 3.2, nella quale e è la migrazione in mg ed S è 1 dm².

5. *Determinazione gascromatografica dell'olio assorbito dal campione.*

Si deve fare ricorso alla determinazione gascromatografica nel caso che E, determinato iodometricamente (v. punto 4.3) sia risultato positivo. Infatti in tal caso non è possibile sapere se ed in quale misura le sostanze consumanti iodio, estratte con solvente direttamente dal campione in esame, possano migrare o no anche nell'olio e quindi essere considerate come reali interferenze.

La determinazione gascromatografica in tal caso ha valore di riferimento.

5.1. Preparazione degli esteri metilici degli acidi grassi.

Tutta la vetreria deve essere lavata accuratamente con etere di petrolio.

Metà dell'estratto del campione in esame (v punto 3.6) e metà dell'estratto della prova in bianco (v. punto 3.7) sono parallelamente e separatamente evaporate in evaporatore rotante, sotto leggero vuoto d'acqua, a 40°C.

Ciascun residuo è ripreso con 10 ml di soluzione al 4% (p/p) di acido solforico in metanolo. Si fa bollire a riflusso per 3 ore. Il refrigerante deve essere munito di essiccatore a gel di silice.

La soluzione è quindi trasferita dalla beuta di evaporazione in un imbuto separatore munito di rubinetto in politetrafluoroetilene, aggiungendo 100 ml di acqua distillata. Si estrae due volte con etere di petrolio, ogni volta con 25 ml di solvente, con agitazione manuale di tre minuti. Le soluzioni eteree, riunite in un imbuto separatore, vengono lavate con 4 aliquote successive di 20 ml di acqua distillata ciascuna. Le ultime tracce di acqua sono eliminate aggiungendo nell'imbuto separatore 3-4 g di solfato di sodio anidro.

La soluzione eterea viene quindi trasferita in una beuta da evaporazione, aggiungendo 10 ml di etere di petrolio per lavare l'imbuto separatore. Si elimina nuovamente il solvente a 40°C, sotto leggero vuoto d'acqua.

Il residuo è ripreso con un volume di *etere di petrolio* tale che la concentrazione dell'olio sia approssimativamente di 1 mg/ml. Una determinazione preliminare gascromatografica può orientare sulla diluizione opportuna.

5.2. Determinazione gascromatografica.

Si possono adottare le condizioni seguenti, tra quelle equivalenti possibili che consentano una buona separazione degli acidi grassi.

— colonna: in acciaio inossidabile, 2,5 mm × 3 m, riempita con succinato di dietilenglicole 20% su gas-chrom P AW, 80-100 mesh

— rivelatore: ionizzazione di fiamma

— temperature:
  - — colonna 195°C
  - — iniettore 320°C
  - — rivelatore 155°C

— gas di trasporto: elio, 25 ml/min

— volume di soluzione da iniettare: 3 µl (secondo la attenuazione prescelta)

La determinazione dell'olio è ottenuta utilizzando uno degli esteri metilici cioè linoleico, oleico, stearico o palmitico ecc., il cui contenuto percentuale nell'olio impiegato è determinato a parte.

L'esame dell'estratto proveniente dalla prova in bianco permette di verificare che, in corrispondenza del picco prescelto, non si producano interferenze significative.

Si determina l'area del picco; con semplice proporzione rispetto allo standard dell'olio in etere di petrolio, si calcola la quantità di olio.

Tenuto conto della quantità iniettata, della concentrazione della soluzione finale e del fattore moltiplicativo 2 (dato che si è operato metà dell'estratto) si calcola la quantità di olio totale P_H assorbita dal campione in esame.

Per il calcolo della migrazione globale M si applica la formula, con le indicazioni relative, data al punto 4.4.

SEZIONE 2. — DETERMINAZIONE DELLA MIGRAZIONE SPECIFICA

La determinazione della migrazione specifica è effettuata sia ai fini della documentazione da presentare per l'autorizzazione di un nuovo costituente (v. Allegato I), sia ai fini del controllo dell'idoneità dell'oggetto finito nel caso in cui sono stati fissati i limiti di migrazione specifica.

La determinazione è effettuata con metodi analitici specifici sul liquido di cessione ottenuto secondo le modalità di contatto, (solventi simulanti, condizioni di durata e di temperatura, campione di prova) indicate nella Sezione 1 del presente Allegato.

Nel caso delle carte e dei cartoni per « liquido di cessione » si intende l'estratto ottenuto da 20 dm^2 di campione, ritagliati in frammenti di 2 cm^2 circa, immersi in 1 litro di acqua distillata per 24 ore a 20°C e successivamente filtrato.

I risultati sono calcolati con le formule indicate nella Sezione 1, punto 2, assumendo per il valore di *e* la quantità determinata del costituente in esame.

1. *Aldeide formica.*

Il metodo ha lo scopo di valutare l'aldeide formica migrabile da oggetti per la cui preparazione siano stati impiegati aldeide formica o suoi derivati.

Principio del metodo — Il liquido proveniente dalla prova di cessione è trattato con acido cromotropico, in soluzione concentrata di acido solforico. A caldo si sviluppa una colorazione violetta, la cui intensità è misurata per via spettrofotometrica a 565 nm.

Reattivo — Soluzione satura (ca. 500 mg/100 ml) di acido 1,8-diidrossinaftalen-3,6-disolfonico (acido cromotropico) in acido solforico al 72 per cento. Aspettare fino a che la soluzione diventa limpida (2 ore circa).

Descrizione del metodo — Ad 1 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, si aggiungono 5 ml di reattivo; si pone in bagnomaria a 60°C per 20 minuti. Si sviluppa una colorazione violetta la cui intensità è misurata dopo 1 ora per via spettrofotometrica in cella da cm. 1 a 565 nm rispetto al bianco reattivo.

Curva di taratura dell'aldeide formica — Per costruire la curva di taratura, preparare soluzioni contenenti in 1 ml quantità di formaldeide comprese tra 0 e 10 μg. Effettuare su tali soluzioni il procedimento descritto e misurare l'intensità delle singole colorazioni a 565 nm, in celle da cm. 1 di spessore ottico, rispetto al bianco reattivi. Riportare i valori della densità ottica ottenuti, su un grafico, nel quale figurano in ascisse le quantità di formaldeide ed in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

Espressione dei risultati — La quantità di formaldeide migrabile nel liquido di cessione si ricava dalla curva standard descritta e non deve essere superiore a 1 mg/dm^2 o a 6 p.p.m. rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

2. *Metodo per la determinazione del cromo migrabile da utensili da cucina in alluminio o in vetro rivestiti internamente con politetra-fluoroetilene*

Principio del metodo — Le prove di cessione saranno eseguite con acido acetico al 3 per cento per 30 minuti a 100°C. Il residuo ottenuto dalle prove di cessione viene incenerito a 400°C e quindi sottoposto ad ossidazione con permanganato di potassio al fine di trasformare il cromo nella forma esavalente; l'eccesso di ossidante viene distrutto con solido azide. Il cromo viene quindi determinato con difenilcarbazide, che sviluppa una colorazione rosso-violetta, la cui intensità viene misurata a 540 nm.

Sensibilità della reazione: 1 gamma di cromo esavalente.

Reattivi:

Acido nitrico p.a.d.: 1,48, distillato;

Acido solforico 0,5 N, in acqua bidistillata;

Potassio permanganato 0,1 N, in acqua bidistillata;

Sodio azide al 5 per cento in acqua bidistillata;

Soluzione di difenilcarbazide: in pallone tarato da ml 250 sciogliere g 10 di anidride ftalica in ml 175 di alcool etilico ridistillato, scaldando per favorire la soluzione; dopo raffreddamento addizionare la soluzione ottenuta sciogliendo g 0,625 di difenilcarbazide in ml 50 di alcool etilico ridistillato; portare a volume con alcool etilico ridistillato. Conservare in bottiglia scura in frigorifero. In tali condizioni la soluzione è stabile per molto tempo;

Soluzione di sodio fosfato monobasico 4 M in acqua bidistillata.

Descrizione del metodo — Il residuo ottenuto dalla prova di cessione con acido acetico al 5 per cento a 100°C per 30 minuti e contenuto in capsula a fondo piano viene incenerito su piastra riscaldante a 400°C, fino ad ottenere ceneri bianche. Dopo raffreddamento si aggiungono ml 10 di acido solforico 0,5 N, riscaldante per ottenere la completa soluzione. Aggiungere ml 0,5 di soluzione di potassio permanganato 0,1 N, coprire con vetro di orologio e scaldare su bagnomaria bollente per 20'. Per tutta la durata del riscaldamento deve persistere una leggera colorazione stabile, il che si ottiene, se necessario, con l'aggiunta, di tanto in tanto, di alcune gocce di permanganato. Si elimina quindi l'eccesso di permanganato aggiungendo lentamente e goccia a goccia (1 goccia almeno ogni 10 secondi), la soluzione di sodio azide al 5 per cento ed agitando dopo ogni aggiunta, fino a scomparsa del colore (in genere sono sufficienti 3-5 gocce di sodio azide). L'operazione va effettuata a caldo su bagnomaria stesso evitando un eccesso di sodio azide. Togliere la capsula dai bagnomaria e raffreddare.

Trasferire la soluzione in palloncino tarato da ml 25, effettuando accurati lavaggi della capsula con piccoli volumi di acqua bidistillata (ml 2-3 alla volta) e portare a volume con altra acqua bidistillata. Filtrare la soluzione su carta Whatman n. 1 in beuta da ml 50. Prelevare ml 5 della soluzione filtrata e portarli in palloncino tarato da ml 25. Aggiungere ml 1 di soluzione di difenilcarbazide e attendere un minuto per lo sviluppo del colore. Aggiungere quindi ml 2,5 di soluzione di sodio fosfato monobasico 4 M. Portare a volume con acqua bidistillata e misurare entro 30 minuti allo spettrofotometro in celle da cm 1, a 540 nm, l'intensità della colorazione, rispetto ad acqua bidistillata. Ricavare dalla curva di taratura la quantità di cromo corrispondente, moltiplicandola per 5 per risalire al cromo totale presente nel residuo di cessione.

Per esprimere il cromo migrato in parti per milione (ppm) rispetto alla capacità dell'utensile si adotta la stessa formula indicata nell'Allegato IV Sezione 1.

Qualora l'intensità della colorazione ottenuta da ml 5 della soluzione filtrata fosse troppo debole o troppo forte ripetere la reazione cromatica finale su una aliquota conveniente. Di tale variazione si terrà conto nel calcolo.

Curva di taratura — Per costruire la curva di taratura porre in distinte capsule volumi di soluzione standard di potassio bicromato corrispondenti a quantità di cromo comprese tra 0 e 16 μg. Effettuare tutto il procedimento descritto, sviluppando la reazione cromatica nel primo pallone tarato da ml 25, sull'intera soluzione non essendo necessaria la filtrazione. Misurare l'intensità delle singole colorazioni a 540 nm, in celle da cm 1, rispetto al bianco reattivo.

Riportare i valori di densità ottica ottenuti su un grafico nel quale figurano in ascisse le quantità di cromo e in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

3. *Cromo trivalente.*

La determinazione del cromo (trivalente) viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

4. *Piombo.*

La determinazione del piombo viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

5. *Nichel.*

La determinazione del nichel viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

SEZIONE 3. — RIVELAZIONE DELLA MIGRAZIONE DI TRACCE DI COADIUVANTI TECNOLOGICI

La rivelazione della migrazione delle tracce di coadiuvanti tecnologici viene effettuata per mezzo di saggi limite, rispetto a soluzioni contenenti una concentrazione nota della sostanza scelta come riferimento, rappresentativa del gruppo di sostanze chimiche o del gruppo funzionale da rivelare.

Le prove si effettuano in genere sugli stessi liquidi di cessione ottenuti dalle prove di cessione indicate nella Sezione 1 del presente Allegato IV. Tuttavia, per raggiungere la necessaria sensibilità del saggio limite, in qualche caso si può scegliere e adottare un rapporto superficie/volume maggiore di quello

reale. In ogni caso, però il risultato ottenuto deve essere riferito al reale rapporto superficie dell'oggetto/volume dell'alimento in contatto, ai fini della valutazione d'idoneità.

1. *Ditiocarbammati, tiourami e xantogenati.*

Il metodo è applicabile per la determinazione di ditiocarbammati, tiourami e xantogenati migrabili da oggetti per la cui preparazione tali composti siano stati impiegati.

Principio del metodo — Esso si basa sulla decomposizione dei ditiocarbammati, tiourami e xantogenati presenti nel liquido di cessione, ad ammine ed a solfuro di carbonio. Questo ultimo viene raccolto su una soluzione di acetato rameico e dietanolammina. La soluzione acquista così una colorazione gialla la cui intensità determinata spettrofotometricamente a 435 nm, indica la quantità di solfuro di carbonio sviluppatosi:

Come riferimento si usa una curva standard del solfuro di carbonio.

Reattivi

Idrossido di sodio 6,5% (p/v);

Reagente: mg 12,0 di acetato rameico monoidrato si portano in un pallone da 250 ml, si aggiungono 25 g di dietanolammina e si porta a volume con etanolo;

Cloruro stannoso;

Acido cloridrico 37%.

Apparecchiatura — L'apparecchio riportato in figura 1 è costituito da un pallone a tre colli collegato a due trappole in serie.

Su uno dei colli laterali del pallone è inserita una canna di vetro per il passaggio dell'aria, su un altro è sistemato un imbuto da carico ed in quello centrale un refrigerante collegato tramite un tubo ad U, ad una trappola contenente, su palline di vetro, 10 ml di idrossido di sodio 6,5% (p/v) che ha lo scopo di trattenere eventuale idrogeno solforato formatosi.

Questa trappola è collegata infine ad un'altra munita di valvola di raccolta e contenente, sempre su palline di vetro, 15 ml del reattivo colorimetrico. A quest'ultima è applicato un leggero vuoto (pompa ad acqua o aspirante) che permette un flusso costante di aria.

Descrizione del metodo — 100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, vengono posti nel pallone a tre colli. Si aggiungono g 2 di cloruro stannoso, si applica il vuoto e si comincia a scaldare tramite termomanto. Contemporaneamente si porta all'ebollizione in un beker, una soluzione di acido cloridrico diluito (25 ml di acido cloridrico 37% in 200 ml di acqua) e la si versa nel pallone attraverso l'imbuto di carico. In queste condizioni i ditiocarbammati, tiourami e xantogenati, si decompongono ed il solfuro di carbonio sviluppatosi dopo essere passato attraverso la trappola contenente idrossido di sodio 6,5%, si raccoglie nella seconda trappola sul reagente colorimetrico. Dopo 45 minuti si interrompe vuoto e riscaldamento ed il liquido giallo si raccoglie, attraverso la valvola, in palloncino tarato da 25 ml, lavando dall'alto la trappola con 5 ml di etanolo. Si porta a volume con etanolo e si effettua la lettura allo spettrofotometro a 435 nm in celle da cm 1 di spessore ottico, rispetto al bianco reattivo (15 ml di reagente colorimetrico e 10 ml di etanolo). Come riferimento si usa una curva standard del Solfuro di carbonio.

Curva di taratura del solfuro di carbonio — Per costruire la curva di taratura, si preparano soluzioni contenenti in 10 ml quantità di solfuro di carbonio, comprese fra 0 e 0,5 mg. Si aggiungono 15 ml di reagente e dopo 15 minuti si effettua la lettura allo spettrofotometro a 435 nm in celle da cm 1 di spessore ottico contro il bianco reattivo. Si riportano i valori della densità ottica ottenuti, in un grafico, nel quale figurano in ascisse le quantità di solfuro di carbonio ed in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

Espressione dei risultati — I risultati si esprimono in solfuro di carbonio, mediante la curva standard descritta. La quantità di solfuro di carbonio migrabile nel liquido di cessione non deve essere superiore a 0,2 mg/dm² o a 1 p.p.m. rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

2. *Perossidi.*

Il metodo ha lo scopo di valutare l'ossigeno attivo migrabile da catalizzatori di tipo perossidico.

Principio del metodo — Un'aliquota della soluzione proveniente dalla prova di cessione, dopo aggiunta di isopropanolo, viene filtrata su lana di vetro sotto corrente di azoto. Si acidifica con acido acetico e si aggiunge ioduro di potassio. Dopo riscaldamento all'ebollizione e successivo raffreddamento, si titola con tiosolfato di sodio.

Tutte le operazioni vengono effettuate mantenendo la corrente d'azoto.

Reattivi e apparecchiatura

Acido acetico 16 N (960 g/l)

Azoto

Ioduro di potassio

Tiosolfato di sodio 0,01 N

Pallone con tre colli a smeriglio: uno per ingresso azoto, uno con refrigerante a bolle, uno con tappo per introduzione reattivi.

Descrizione del metodo — A 100 ml della soluzione risultante dalla prova di cessione, si aggiungono 20 ml di isopropanolo.

Si filtra su lana di vetro in pallone da 250 ml sotto corrente d'azoto; si aggiungono 10 ml di acido acetico 16 N e si fa gorgogliare azoto per 5 minuti. Si aggiungono poi 2 g di ioduro di potassio in polvere. Si applica un refrigerante a ricadere e si porta all'ebollizione per 15 minuti, mantenendo nel refrigerante una piccola corrente d'azoto. Si raffredda in bagno di acqua, si lava il refrigerante dall'alto con acqua distillata, e si titola, direttamente nel pallone e sempre sotto corrente di azoto, con tiosolfato 0,01 N. (1 ml di tiosolfato 0,01 N corrisponde a g 0,08 di ossigeno). In parallelo si effettua una prova in bianco con tutti i solventi e reattivi.

Espressione dei risultati — I risultati si esprimono in mg di ossigeno attivo. La quantità di ossigeno attivo presente non deve essere superiore a 0,5 mg/dm² o a 3 p.p.m. rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

3. *Mercaptobenzotiazolo e suo sale di zinco, disolfuro di benzotiazile.*

Il metodo è applicabile per la rivelazione di mercaptobenzotiazolo, suo sale di zinco e disolfuro di benzotiazile, migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati tali composti.

Principio del metodo — Il metodo consiste nella determinazione gas-cromatografica del mercaptobenzotiazolo, del suo sale di zinco e del disolfuro di benzotiazile, come estere metilico del mercaptobenzotiazolo. Il sale di zinco del mercaptobenzotiazolo ed il disolfuro di benzotiazile sono previamente trasformati in mercaptobenzotiazolo.

Reattivi

Acetone

Soluzione di cloruro stannoso al 5 per cento in acido cloridrico concentrato

Cloruro di metilene

Soluzione acquosa di idrossido di sodio al 5 per cento

Ioduro di metile

Apparecchiatura

Normale attrezzatura di laboratorio

Gas-cromatografo munito di rivelatore a ionizzazione di fiamma.

Descrizione del metodo — 100 ml della soluzione acquosa, provenienti dalle prove di cessione effettuate adottando possibilmente un rapporto superficie/volume 1:1, vengono portati a secco in evaporatore rotante sotto vuoto ed alla temperatura di circa 50°C.

Il residuo è ripreso con 30 ml di acetone e trattato con 10 ml di soluzione di cloruro stannoso al 5 per cento in acido cloridrico concentrato. La soluzione è lasciata a riposo per circa 10 minuti. Quindi si concentra in evaporatore rotante sotto vuoto fino a circa 10 ml; questi travasati in imbuto separatore, vengono sottoposti a tre estrazioni con cloruro di metilene, usando porzioni di 15 ml ciascuna.

Gli estratti riuniti vengono portati a secco sotto vuoto in evaporatore rotante.

Il residuo, ripreso con 5 ml di soluzione acquosa di idrossido di sodio al 5 per cento, viene trasferito in imbuto separatore. Si aggiungono quindi 10 ml di acqua distillata e 5 ml di ioduro di metile. Si agita e si lascia a riposo per circa 10 minuti.

Si effettuano poi tre estrazioni con 10 ml ciascuna di cloruro di metilene. Gli estratti riuniti vengono concentrati opportunamente.

La soluzione così ottenuta viene gas-cromatografata e le quantità di estere metilico del mercaptobenzotiazolo, vengono determinate per confronto con una soluzione standard di mercaptobenzotiazolo sottoposta allo stesso procedimento.

Buoni risultati vengono ottenuti impiegando una colonna in acciaio inossidabile o in vetro di lunghezza m 1,8 e di diametro interno mm 2, riempita con Chromosorb G-HP 80/100 mesh e impregnata con il 5 per cento di Carbowax 20M, ed operando in isoterma a 220°C.

Le altre condizioni sperimentali saranno scelte in modo che il picco corrispondente all'estere metilico del mercaptobenzotiazolo abbia un tempo di ritenzione compreso fra 5 e 7 minuti.

Espressione dei risultati — La quantità del mercaptobenzotiazolo, del suo sale di zinco e del disolfuro di benzotiazile viene calcolata globalmente come mercaptobenzotiazolo.

Ai fini dell'idoneità dell'oggetto in esame, tale quantità non deve essere superiore a 0,2 mg/dm² ovvero a 1 p.p.m. riferita alla capacità dell'oggetto e tenendo conto del reale rapporto superficie/volume, anche se per raggiungere la necessaria sensibilità del saggio, è stato necessario adottare nelle prove di cessione, un rapporto superficie/volume maggiore di quello reale.

4. *Ammine aromatiche primarie.*

Il metodo è applicabile per la rivelazione di ammine aromatiche primarie migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati composti contenenti la funzione amminica aromatica primaria.

Principio del metodo — La soluzione proveniente dalla prova di cessione viene sottoposta a diazotazione e successiva copulazione in presenza di carbonato sodico. Viene successivamente determinata per via spettrofotometrica l'intensità di colorazione in confronto con una scala a concentrazione nota di anilina diazotata e copulata come sopra.

Reattivi

Soluzione di acido cloridrico 0,1 N;

Soluzione di acido cloridrico concentrato;

Soluzione di nitrito di sodio 0,2 N;

Soluzione di sale R (2-naftol-3,6-disolfonato di sodio) 0,5 per cento in carbonato di sodio 0,2 N;

Bromuro di potassio;

Acido solfammico;

Soluzione standard di anilina (4 µg/ml): preparare una soluzione contenente 0,400 g/l di anilina p.p.a. usando come solvente lo stesso usato per le prove di cessione; diluire successivamente tale soluzione, sempre con lo stesso solvente, in rapporto 1/100 (v/v).

Apparecchiatura:

Normale attrezzatura da laboratorio e: spettrofotometro o foto-colorimetro.

Descrizione del metodo: 100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, nel caso si tratti di una soluzione acquosa, addizionati di 1 ml di acido cloridrico concentrato, vengono evaporati a secco e ripresi con 5 ml dello stesso solvente adoperato nella prova di cessione. Su tale soluzione si effettua la determinazione qui esposta. Nel caso che il solvente usato per la prova di cessione sia olio di girasole, è necessario effettuare, prima della determinazione vera e propria, il seguente processo estrattivo: 100 ml di olio, vengono estratti, in un imbuto separatore da 300 ml, con 100 ml di acido cloridrico 1 M, per 10 minuti. Si separa la fase acquosa che viene evaporata a secco e ripresa con 5 ml di acido cloridrico 1 M per la determinazione colorimetrica. Alla soluzione ottenuta, consistente in 5 ml, si aggiungono: 0,1 ml di acido cloridrico concentrato, una punta di spatola di bromuro di potassio, 3 gocce di nitrito di sodio 0,2 N; dopo circa 10 minuti, tempo necessario per la formazione del sale di diazonio, si aggiunge una punta di spatola di acido solfammico per eliminare l'eventuale eccesso di nitrito. Nel caso siano state effettuate prove di cessione con olio di girasole, si aggiungono all'estratto ml 2 di carbonato di sodio 2 N. Quindi si aggiungono 2 ml di soluzione di sale R e dopo 10 minuti circa, tempo necessario per la formazione del colorante azoico, 1 ml di acido cloridrico concentrato; l'acido va aggiunto con cautela poiché si ha notevole sviluppo di anidride carbonica. La soluzione viene portata a volume con acqua distillata. Si agita cautamente la soluzione per eliminare il più possibile l'anidride carbonica. La lettura si effettua allo spettrofotometro determinando l'assorbanza a 490 nm, in celle di quarzo da cm 1 di spessore ottico, facendo attenzione ad eliminare anche dalle celle l'anidride carbonica. Come riferimento per la lettura si usa un bianco, sottoposto parallelamente allo stesso procedimento usato per il campione.

Curva di taratura — Per la curva di taratura si usa la soluzione standard contenente 4 µg/ml di anilina. Nel caso dell'olio sarà necessario procedere all'estrazione con acido cloridrico 1 M come descritto per il campione.

Si pongono in una serie di matracci tarati da 10 ml, i seguenti volumi della soluzione di riferimento suddetta:

ml di soluzione
di riferimento

— 0 Prova in bianco
— 1 Corrispondenti a 4 µg di anilina
— 2 Corrispondenti a 8 µg di anilina
— 4 Corrispondenti a 16 µg di anilina
— 5 Corrispondenti a 20 µg di anilina

Si diluisce con lo stesso solvente fino a 5 ml (nel caso dell'olio si usa lo stesso acido cloridrico 1 M) e si procede come per i campioni.

Si traccia infine la curva di taratura delle assorbanze in funzione dei µg di anilina.

Espressione dei risultati — La quantità di ammine aromatiche primarie presenti nel liquido di cessione, espressa come anilina, viene ricavata dalla curva di taratura descritta al punto precedente. Ai fini dell'idoneità dell'oggetto in esame tale quantità non deve essere superiore a 0,02 mg/dm² ovvero a 0,1 p.p.m. riferito alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

5. *Ammine aromatiche secondarie.*

Il metodo è applicabile per la rivelazione di ammine aromatiche secondarie migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati composti contenenti la funzione amminica secondaria aromatica.

Principio del metodo — La soluzione proveniente dalle prove di cessione viene usata come agente copulante di un sale di diazonio previamente preparato.

Viene successivamente determinata per via spettrofotometrica l'intensità di colorazione in confronto con una scala a concentrazione nota di difenilammina copulata con lo stesso sale di diazonio di cui sopra.

Reattivi

Acido solforico concentrato

Soluzione di cloruro di para-nitrobenzen-diazonio 0,1 N circa: preparare una soluzione di cloruro di para-nitrianilina 0,2 N circa in soluzione di acido cloridrico 3 N circa. Raffreddare 50 ml di questa soluzione in bagno di acqua e ghiaccio e aggiungere 20 ml di soluzione di nitrito di sodio 0,5 N previamente raffreddati. Distruggere l'eventuale eccesso di nitrito con circa 10 mg (una punta di spatola) di acido solfammico Portare a 100 ml con acqua; conservare al buio in bagno di ghiaccio ed acqua.

Soluzione standard di difenilammina (10 µg/ml): preparare 100 ml di una soluzione contenente 1 g/l di difenilammina pura per analisi in metanolo; diluire successivamente tale soluzione, sempre con metanolo, nel rapporto 1/100 (v/v).

Apparecchiatura — Normale attrezzatura di laboratorio e:

Spettrofotometro o fotocolorimetro.

Descrizione del metodo — 100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, nel caso si tratti di una soluzione acquosa, vengono addizionati di 1 ml di acido cloridrico concentrato, evaporati a secco e ripresi con 5 ml dello stesso solvente adoperato nella prova di cessione. Su tale soluzione si effettua la determinazione qui esposta. Nel caso che il solvente usato per la prova di cessione sia olio di girasole, è necessario effettuare, prima della determinazione vera e propria, il seguente processo estrattivo: 100 ml di olio vengono estratti, in un imbuto separatore da 300 ml, con 100 ml di acido cloridrico 1M per 10 minuti. Si separa la fase acquosa che viene evaporata a secco e ripresa con 10 ml di acido cloridrico 1M, per la determinazione colorimetrica.

A 10 ml della soluzione posti in un matraccio tarato da 20 ml, si aggiungono: 3 ml di metanolo, 1 ml di acido solforico concentrato, quindi, dopo raffreddamento a temperatura ambiente, si aggiungono 0,2 ml di soluzione di cloruro di para-nitrobenzen-diazonio. Si porta a volume con acqua distillata e si conserva la soluzione al buio per circa 1 ora. La lettura si effettua allo spettrofotometro determinando l'assorbanza a 530 nm, in celle di quarzo da cm 1 di percorso ottico. Come riferimento per la lettura si usa un bianco, sottoposto parallelamente allo stesso procedimento usato per il campione.

Essendo il campione piuttosto sensibile alla luce, occorre effettuare la lettura spettrofotometrica nel minor tempo possibile.

Curva di taratura — Porre in una serie di matracci tarati da 20 ml i seguenti volumi della soluzione standard di difenilammina:

ml di soluzione
di riferimento
– 0 Prova in bianco
– 0,20 Corrispondenti a 2 μg di difenilammina
– 0,50 Corrispondenti a 5 μg di difenilammina
– 0,80 Corrispondenti a 8 μg di difenilammina
– 1,20 Corrispondenti a 12 μg di difenilammina

Diluire con lo stesso volume usato per la prova di cessione fino a 15 ml circa (nel caso che il solvente usato sia olio di girasole, portare a 15 ml con acido cloridrico 1 M) e procedere come per i campioni.

Tracciare infine la curva di taratura delle assorbanze in funzione dei μg di difenilammina.

Espressione dei risultati — La quantità di ammine secondarie aromatiche presente nel liquido di cessione, espressa come anilina, viene ricavata dalla curva di taratura descritta al punto precedente. Ai fini dell'idoneità dell'oggetto in esame, tale quantità non deve essere superiore a 0,02 mg/dm² ovvero a 0,1 p.p.m. riferito alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

6. *Rivelazione della migrazione di conservativi dalle carte e dai cartoni*

Il metodo è applicabile per la rivelazione di conservativi dalle carte e dai cartoni per la cui preparazione siano stati utilizzati tali composti come coadiuvanti tecnologici.

Principio del metodo — L'estratto acquoso delle carte e/o dei cartoni viene addizionato di un idoneo terreno di coltura e inoculato con un micete campione. Misurando, ad intervalli regolari di tempo e mediante registrazione automatica dei dati, la densità ottica della soluzione in esame, si costruisce la curva di crescita del micete campione (saggio campione).

Si procede in parallelo:

ad una prova con il medesimo terreno di coltura e organismo campione, in assenza di conservativi (saggio controllo)

ad una prova con il medesimo terreno di coltura e organismo campione, in presenza di una concentrazione a titolo noto di sodio bisolfito (saggio limite).

Materiali e reattivi

Biofotometro registratore Bonet-Maury e Jouan o equivalente

Terreno di prova

estratto di lievito Difco	g	3
glucosio	g	50
vitamina B_1	μg	50
acqua distillata	ml	100

Sterilizzare a 110°C per 10 minuti

pH finale = 4

Micete campione: *Saccharomices cerevisiae* I.S.I. Mc 31

Terreno di coltura del micete-campione: Sabouraud broth Difco.

Descrizione del metodo — Si procede anzitutto alla preparazione dell'estratto della carta o cartone in esame nel modo seguente:

20 dm del campione vengono ritagliati in frammenti di circa 2 cm² e posti in una beuta da 1 litro, aggiungendo 1000 ml di acqua distillata. Si lascia a 20°C per 24 ore e quindi si filtra l'estratto su lana di vetro (estratto campione).

Si preparano quindi le seguenti prove in parallelo, direttamente in *distinte vaschette del biofotometro:*

saggio campione: ml 9 di estratto campione, addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione;

saggio controllo: ml 9 di acqua distillata, addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione;

saggio limite: ml 9 di soluzione in acqua distillata di sodio bisolfito alla concentrazione di 20 p.p.m. addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione.

Si regola il reostato della lampada dell'apparecchio a metà corsa, la velocità di oscillazione dei magnetini di agitazione sulla posizione 3, la temperatura a 30°C.

Dopo azzeramento, l'apparecchio viene fatto funzionare per 20 ore circa, quindi si procede alla lettura dei grafici relativi alle curve di crescita del micete nelle tre vaschette.

Interpretazione dei risultati — Ai fini dell'idoneità del campione in esame, l'estratto campione non deve mostrare una inibizione della crescita del micete superiore a quella ottenuta nel saggio limite.

7. *Fenoli e cresoli.*

Il metodo è applicabile per la rivelazione di fenoli e cresoli migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati tali composti.

Principio del metodo — La soluzione proveniente dalla prova di cessione viene usata come agente copulante di un sale di diazonio previamente preparato.

Viene successivamente determinata per via spettrofotometrica l'intensità di colorazione in confronto con una scala a concentrazione nota di fenolo copulato con lo stesso sale di diazonio di cui sopra.

Reattivi

Soluzione di idrossido di sodio 0,1 N

Soluzione di acido acetico 0,1 N

Soluzione di cloruro di para-nitrobenzen-diazonio 0,1 N circa: preparare una soluzione di para-nitroanilina 0,2 N circa in soluzione di acido cloridrico 3 N circa. Raffreddare 50 ml di questa soluzione in bagno di acqua e ghiaccio e aggiungere 20 ml di soluzione di nitrito di sodio 0,5 N previamente raffreddati. Distruggere l'eventuale eccesso di nitrito con circa 10 mg (una punta di spatola) di acido solfammico. Portare a 100 ml con acqua; conservare al buio in bagno di ghiaccio e acqua.

Soluzione di idrossido di sodio 0,5 per cento

Soluzione standard di fenolo: preparare una soluzione acquosa contenente 10 mg/l di fenolo puro per analisi.

Apparecchiatura

Normale attrezzatura di laboratorio

Spettrofotometro o fotocolorimetro

Descrizione del metodo — 10 ml della soluzione acquosa, proveniente dalla prova di cessione, vengono portati a secco e quindi ripresi con 5 ml di acqua distillata. Questa soluzione, trasferita in un pallone tarato da 50 ml, viene addizionata di 10 ml di idrossido di sodio 0,1 N; quindi si neutralizza con acido acetico 0,1 N e si uniscono 0,2 ml di soluzione di cloruro di para-nitrobenzen-diazonio. Si aggiungono quindi, goccia a goccia, 20 ml di idrossido di sodio 0,5 per cento e si porta a volume con acqua distillata. La soluzione si conserva al buio per circa 1 ora.

La lettura si effettua allo spettrofotometro determinando l'assorbanza a 490 nm, in celle di quarzo da 1 cm di percorso ottico. Come riferimento per la lettura si usa un bianco, sottoposto parallelamente allo stesso procedimento usato per il campione.

Curva di taratura — Porre in una serie di matracci tarati da 50 ml i seguenti volumi della soluzione standard di fenolo:

ml 0 prova in bianco
ml 1 corrispondenti a 10 μg di fenolo
ml 2 corrispondenti a 20 μg di fenolo
ml 3 corrispondenti a 30 μg di fenolo
ml 4 corrispondenti a 40 μg di fenolo
ml 5 corrispondenti a 50 μg di fenolo

Portare a 5 ml con acqua distillata tutte le soluzioni e procedere quindi come per i campioni.

Tracciare infine la curva di taratura delle assorbanze in funzione dei μg di fenolo.

Espressione dei risultati — La quantità di composti fenolici espressi come fenolo presenti nel liquido di cessione viene ricavata dalla curva di taratura descritta al punto precedente. Ai fini dell'idoneità dell'oggetto in esame, tale quantità non deve essere superiore a 0,2 mg/dm² ovvero a 1. ppm riferita alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

SEZIONE 4. — DETERMINAZIONE DEI REQUISITI DI PUREZZA DI ALCUNI COSTITUENTI

La determinazione dei requisiti di purezza viene effettuata nel caso di costituenti per i quali sono prescritti requisiti di purezza specifici.

1. *Paraffine e cere microcristalline:*

1. *Oggetto.*

Determinazione dei requisiti di purezza delle paraffine e delle cere microcristalline da impiegare in contatto con alimenti.

2. *Applicabilità.*

Paraffine e cere microcristalline.

3. *Principio.*

Fusione e diluizione in isoottano della paraffina o della cera microcristallina e loro estrazione con dimetilsulfossido (DMSO). Diluizione con acqua del DMSO e sua estrazione con isoottano. Concentrazione dell'isoottano e suo esame spettrofotometrico tra 400 e 280 mμ. Eventuale purificazione per cromatografia su colonna.

4. *Limiti di assorbimento stabiliti.*

Il campione in esame è ritenuto idoneo all'impiego se non supera i seguenti limiti di assorbimento per cm 1 di percorso ottico:

tra 280 e 289 mμ: 0,15;

tra 290 e 299 mμ: 0,12;

tra 300 e 359 mμ: 0,08;

tra 360 e 400 mμ: 0,02;

5. *Scarti analitici.*

Sono determinabili dagli scarti strumentali.

6. *Reattivi e sostanze ausiliarie:*

Dimetilsulfossido (DMSO) puro per spettrofotometria;

Isoottano (2,2,4-trimetilpentano) RS per spettrofotometria o in alternativa RS per cromatografia, da purificare;

Acetone RS per cromatografia, da distillare prima dello impiego;

Benzene RS per cromatografia, da distillare prima dello impiego;

Alcool metilico RS per spettrofotometria;

n.Esadecano puro per gas cromatografia (esente da olefine);

Acido fosforico 85% RP;

Sodio boroidruro 98%;

Magnesio ossido Sea Sorb 43 o equivalente, da purificare come segue: l'assorbente viene lavato con ml 300 di benzene, che viene quindi allontanato per filtrazione sotto aspirazione ed essiccato in stufa a 100°C. Successivamente g 100 di ossido di magnesio vengono posti in grande becher con ml 700 di acqua bidistillata in modo da ottenere una poltiglia fine; si scalda su bagnomaria per 30 minuti con intermittente agitazione, assicurandosi che l'assorbente sia completamente bagnato. Filtrare sotto aspirazione su imbuto di Buchner di appropriato diametro, con disco di carta da filtro Schleicher e Schuell n. 597 o altra equivalente. Proseguire l'aspirazione fino a secco. Trasferire l'assorbente su un vassoio, rompere i grumi con una spatola pulita e distendere l'assorbente in uno strato di cm 1-2 di spessore. Essiccare in stufa a 160°C per 24 ore. Quindi polverizzare la magnesia in un mortaio. Setacciare tra 60 e 180 mesh l'assorbente polverizzato. Si utilizza la magnesia trattenuta dal setaccio a 180 mesh;

Celite 545, terra diatomacea, o altra equivalente;

Setacci molecolari, Linde Molecular Sieve, cilindri 1/8;

Allumina attivata Alcoa F/20;

Gel di silice, Silica gel 923;

Carbone attivato, Activated Charcoal CAL 12 x 40 mesh;

Sodio solfato anidro granulare RP;

Acqua bidistillata, ottenuta da acqua distillata, ridistillata prima dell'uso su acido solforico e potassio permanganato;

Miscele eluenti:

benzene al 10% in isoottano;

benzene al 20% in isoottano;

miscela acetone-benzene-acqua: aggiungere ml 20 di acqua a ml 380 di acetone e ml 200 di benzene e quindi agitare;

Miscela ossido di magnesio-celite 545: preparare una miscela di ossido di magnesio 60-180 mesh e di celite 545 in proporzioni rispettivamente di 2:1 in peso; porre la miscela in beuta di vetro, munita di tappo a smeriglio e sbattere vigorosamente per 10 minuti per ottenere un'idonea mescolanza. Trasportare il miscuglio su un vassoio e stenderlo in uno strato di cm. 1-2 di spessore. Riscaldare il miscuglio a 160°C ± 1°C per 2 ore e conservarlo poi in recipiente ben chiuso.

Saggi di purezza per solventi e reattivi; specificazioni:

Dimetilsulfossido: porre ml 120 di dimetilsulfossido in un imbuto separatore da ml 500 contenente ml 240 di acqua bidistillata e ml 40 di isoottano. Estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti. Separare la fase acquosa in un secondo imbuto separatore da ml 500 contenente ml 40 di isoottano ed estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti. Scartare la fase acquosa. Ciascuno dei due estratti di ml 40 di isoottano viene lavato separatamente con 3 successive aliquote, da ml 50 ciascuna, di acqua bidistillata. Il tempo di sbattimento per ogni lavaggio è di 1 minuto.

Scartare l'ultima fase acquosa, filtrare il primo estratto su sodio solfato anidro (prelevato con isoottano) in una beuta da evaporazione da ml 250. Lavare, ruotandolo, il primo imbuto separatore con il secondo estratto e passare il solvente sullo stesso sodio solfato nella stessa beuta di evaporazione.

Lavare nell'ordine, con ml 10 di isoottano, il secondo ed il primo imbuto separatore, unendo il solvente, previo passaggio su sodio solfato, ai due estratti già filtrati.

Aggiungere ml 1 di n.esadecano ed evaporare l'isoottano con evaporatore rotante sotto leggera corrente di azoto ed in lieve aspirazione, su bagnomaria ad 80°C, fino ad ottenere un volume residuo di ml 1 di n.esadecano. Aggiungere ml 10 di isoottano ed evaporare nelle condizioni descritte, fino ad ottenere un volume residuo di ml 1. Aggiungere ancora ml 10 di isoottano ed evaporare nuovamente il solvente. Disciogliere il volume residuo in ml 5 di isoottano e trasferirlo quantitativamente in palloncino tarato da ml 25. Lavare la beuta di evaporazione con successive 4 aliquote, ciascuna di ml 4, di isoottano, portare a volume con lo stesso solvente e determinare l'assorbimento della soluzione, rispetto ad isoottano tra 280 a 400 mμ, in celle da cm 4 o 5 di percorso ottico.

L'assorbimento, per cm 1 di spessore ottico, non deve essere superiore a 0,02.

Isoottano: porre ml 180 di isoottano in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. L'assorbimento della soluzione per cm 1 di percorso ottico non deve essere superiore a 0,01.

Acetone: porre ml 200 di acetone in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto.

La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 50°C.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico, non deve essere superiore a 0,01.

Benzene: porre ml 150 di benzene in una beuta da ml 250 unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 70°C. Inoltre le due aggiunte di ml 10 di isoottano vengono sostituite con due aggiunte di ml 10 di alcool metilico. L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico non deve essere superiore a 0,01.

Se la soluzione mostrasse i picchi caratteristici del benzene, nella zona compresa tra 250 e 260 mμ, rievaporare, aggiungere ancora un'aliquota di ml 10 di alcool metilico, quindi evaporare nuovamente ed effettuare la determinazione spettrofotometrica come già descritto.

Alcool metilico: porre ml 10 di alcool metilico in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 50°C.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico, non deve essere superiore a zero.

n.Esadecano: portare ml 1 di n.esadecano al volume di ml 25 con isoottano.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico rispetto ad isoottano, nella zona tra 280 a 400 mμ, non deve essere superiore a zero.

Acqua bidistillata: nel caso in cui il saggio di purezza prima descritto per il DMSO desse valori superiori al limite indicato, è possibile verificare se l'acqua bidistillata ha la purezza richiesta effettuando lo stesso saggio in assenza di DMSO.

Sodio solfato: per ogni nuova confezione da utilizzare, prelevare g 35 di sodio solfato anidro e lavarli in imbuto di Buchner a setto poroso con aliquote di ml 15 di isoottano purificato. Il sodio solfato corrisponde alle specificazioni quando l'ultima aliquota filtrata mostra un assorbimento nella zona tra 280 e 400 mμ, con riferimento ad isoottano e per cm 1 di spessore ottico, non superiore a zero. Del numero dei lavaggi necessari si tiene conto nell'impiego del sodio solfato anidro previsto dal metodo.

7. *Apparecchiatura.*

Imbuti separatori:

in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 29/32 e rubinetti in teflon, da ml 500, 1000 e 2000;

in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 24/29 e rubinetti in teflon, da ml 250;

in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 19/26 e rubinetti in teflon, da ml 100.

Colonna cromatografica per eluizione di idrocarburi policiclici aromatici:

lunghezza mm 180, diametro interno mm 15,7 ± 0,1 mm munita di setto poroso rapido, di rubinetto in teflon e gambo terminale a becco di flauto; cono superiore normalizzato 29/32 con gancetti di presa;

alimentatore relativo, di forma sferica, in vetro Pyrex, da ml 500, cono inferiore maschio e superiore femmina normalizzati 29/32, ambedue provvisti di gancetti di presa;

raccordo per l'alimentatore suddetto, normalizzato 29/32 con gancetti di presa, per l'introduzione della corrente di azoto.

Colonna cromatografica per purificazione di isoottano:

lunghezza mm 1220, diametro interno mm 50, provvista di rubinetto in teflon e nell'estremità superiore di una presa laterale per scarico di sicurezza (fig. 1);

dispositivo di alimentazione continua di isoottano in colonna, costituito da un pallone in vetro Pyrex, provvisto nella parte inferiore laterale di rubinetto in teflon mediante raccordo conico 29/32, con gancetti da presa, cono superiore femmina 29/32, raccordo a squadro per dispositivo di tenuta, con accoppiamento conico 29/32 per pallone alimentatore (fig. 1).

Beute per evaporazione:

in vetro Pyrex, munite di cono e tappo normalizzati 29/32, da ml 250 e 500.

Dosatore per sodio boroidruro:

misurini in vetro saldati ad una bacchetta di vetro, di capacità idonea per g 0,3 di sodio boroidruro.

Palloncini tarati:

con tappo, in vetro, da ml 25.

Apparato per digestione con sodio boroidruro:

refrigeranti tipo Liebig, lunghezza mm 500, coni normalizzati maschio e femmina 29/32;

tubo di essiccamento da innestare al refrigerante, con cono femmina normalizzato 29/32.

Distillatori per solventi:

mantello riscaldante termoregolabile per palloni a fondo sferico della capacità di ml 2000;

palloni a fondo sferico, con cono normalizzato 29/32, in vetro Pyrex, della capacità di ml 2000;

colonna di Vigreux, lunghezza mm 800, diametro mm 30, con cono inferiore normalizzato 29/32 e con cono superiore per inserimento del termometro;

termometri con cono a smeriglio da innestare sulla colonna suddetta;

refrigerante a serpentina da innestare alla colonna suddetta.

Bidistillatore per acqua bidistillata:

distillatore automatico secondo Stadler, con alimentazione continua, o altro equivalente.

Mantello riscaldante per fusione paraffine:

mantello conico riscaldante, con copertura laterale, per imbuti separatori tipo Squibb da ml 500.

Attrezzatura per attivazione assorbenti:

setacci da 60 mesh e da 180 mesh;

mortaio;

vassoio in vetro per essiccamento;

stufa per temperature fino a 200°C.

Imbuti:

imbuti di Buchner in porcellana, diametro mm 120;

imbuti di Buchner in vetro, con setto poroso tipo Jena G/1 o 17 D/1;

imbuti di Buchner come sopra, muniti di cono normalizzato 24/29 e sullo stesso cono, di presa laterale per vuoto;

imbutini conici in vetro con setto poroso per filtrazioni rapide tipo G/1 o equivalente.

Evaporatore rotante:

tipo « Rotavapor R » Buchi o altro equivalente.

Bombola di azoto:

contenente azoto purissimo al 99,999%, provvista di riduttore di pressione.

Spettrofotometro:

per visibile e ultravioletto, attrezzato con celle da cm 1 e da cm 4 oppure da cm 5 di percorso ottico.

Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte ed infine con acqua distillata. Inoltre, prima dell'uso, tutta la vetreria deve essere lavata con isoottano purificato.

Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare rubinetti e giunti; la tenuta viene garantita da rubinetti in teflon.

Dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata.

8. *Modo d'operare.*

8.1 *Bianco reattivi:*

Parallelamente all'analisi di un campione di paraffina deve essere sempre effettuato l'intero procedimento sul bianco reattivi. L'estrazione, sia del campione in esame che del bianco reattivi, va effettuata alla stessa temperatura, normalmente di circa 10°C superiore al punto di fusione della paraffina in esame.

L'assorbimento del bianco reattivi dopo la fase estrattiva non deve essere superiore a 0,040 per cm 1 di percorso ottico nel campo delle lunghezze d'onda tra 280 e 400 mμ.

L'assorbimento del bianco reattivi dopo la fase cromatografica non deve superare il valore massimo di 0,070 per cm 1 di percorso ottico nel campo delle lunghezze d'onda tra 280 e 400 mμ.

Se in uno spettro sono presenti i picchi caratteristici del benzene nella regione tra 250 e 260 mμ, evaporare nuovamente ed effettuare due successive aggiunte di alcool metilico, ciascuna di ml 10, evaporando ogni volta, e quindi riportare a volume di ml 25 con isoottano per controllare nuovamente l'assorbimento.

8.2 *Preequilibramento solventi:*

Per ogni analisi da effettuare porre ml 300 di DMSO in un imbuto separatore da ml 1000 ed aggiungere ml 75 di acido fosforico. Mescolare il contenuto nell'imbuto separatore e lasciare a sè per 10 minuti. La reazione è leggermente esotermica. Aggiungere ml 150 di isoottano ed agitare per equilibrare i solventi. Separare le due fasi e conservarle separatamente in bottiglie chiuse.

8.3 *Prelevamento del campione per l'analisi:*

Porre un campione significativo di paraffina, consistente in Kg 1, o, se tale quantitativo non è disponibile, l'intero quantitativo, precedentemente pesato, in un becher di capacità pari a circa tre volte il volume del campione da fondere, su bagnomaria, con intermittente agitazione, fino a che la paraffina sia completamente fusa ed omogenea.

Pesare quattro porzioni, di g 25 ± 0,2 ciascuna, della paraffina fusa in altrettanti becher da ml 100. Effettuare il procedimento in doppio e conservare due porzioni per ripetere eventualmente l'analisi.

8.4 *Estrazione della paraffina con DMSO:*

Travasare una porzione pesata e completamente fusa in un imbuto separatore da ml 500, (imbuto separatore n. 1) contenente ml 100 di DMSO preequilibrato e preventivamente riscaldato nel mantello termoregolabile ad una temperatura almeno 10°C superiore al punto di fusione del campione in analisi.

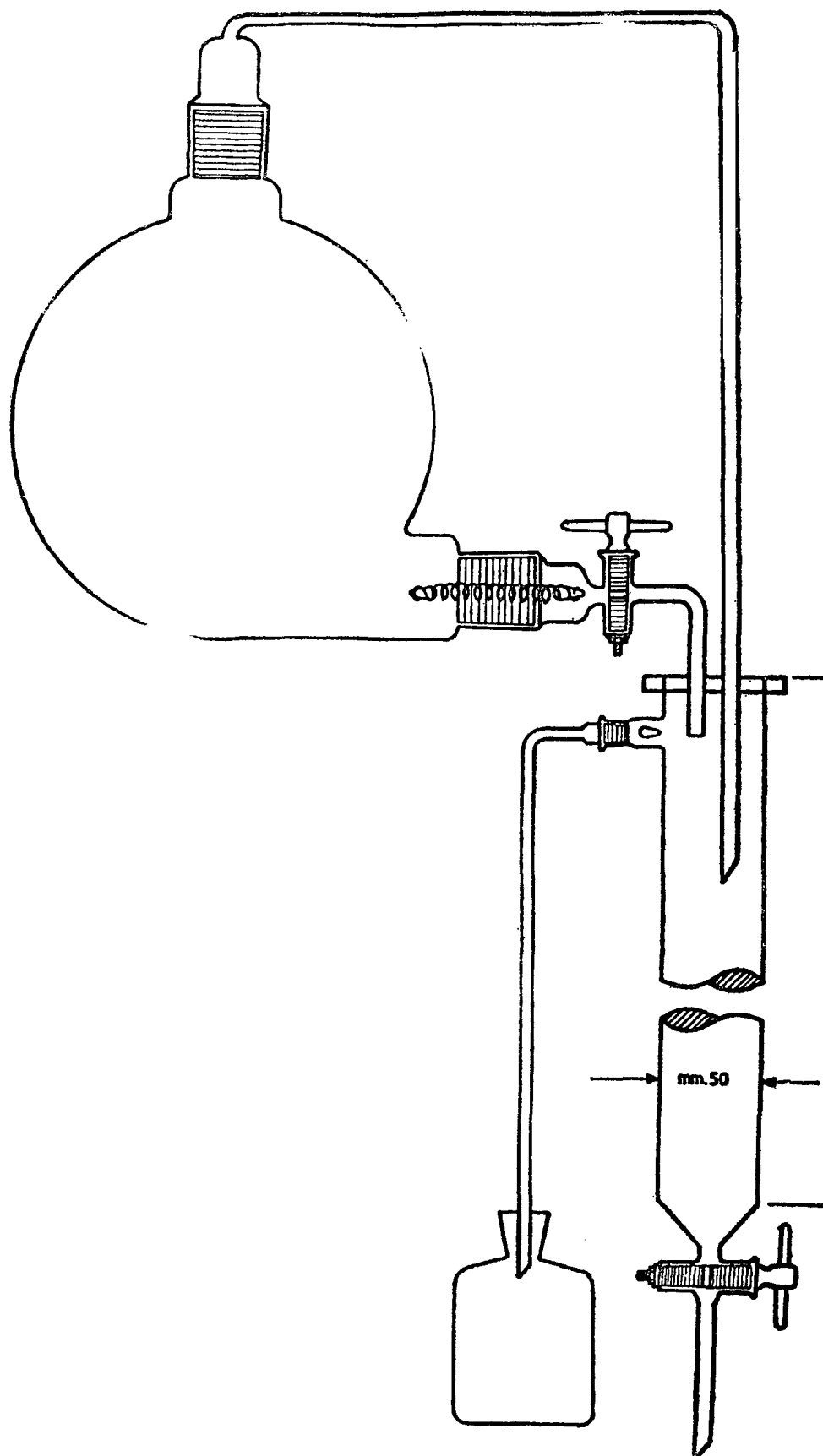
Effettuare idonei lavaggi del becher con aliquote successive di isoottano preequilibrato, previamente riscaldato, fino ad un volume totale di ml 50 e trasferire i lavaggi stessi nell'imbuto separatore contenente la paraffina.

Estrarre vigorosamente per sbattimento per 2 minuti, usando le precauzioni del caso.

Predisporre tre imbuti separatori da ml 250 in serie, contenenti ciascuno ml 30 di isoottano preequilibrato (imbuti separatori numeri 2, 3, 4). Quando nell'imbuto separatore n. 1 si è avuta una separazione netta delle due fasi e la paraffina si è almeno in parte solidificata, trasferire la fase inferiore, attraverso un imbuto di Buchner, nel primo dei tre imbuti separatori da ml 250 disposti in serie (imbuto separatore n. 2). Favorire la filtrazione per leggera aspirazione.

Quando il filtrato è stato completamente trasferito nell'imbuto separatore n. 2, estrarlo vigorosamente per 1 minuto con l'isoottano presente, e, dopo separazione, trasferire la fase inferiore direttamente nell'imbuto separatore n. 3.

Dopo analoga estrazione e separazione, trasferire la fase inferiore nell'imbuto separatore n. 4, estrarre vigorosamente per 1 minuto e separare le due fasi, trasferendo la fase inferiore in un imbuto separatore da ml 2000 (imbuto separatore n. 5), contenente ml 480 di acqua bidistillata e ml 80 di isoottano.

mm.50

Sottoporre ancora due volte ad estrazione la paraffina, in modo analogo a quello descritto, ogni volta con ml 100 di DMSO preequilibrato, attraverso tutti i passaggi indicati, fino a riunire i tre estratti di DMSO-acido fosforico (3×10) nell'imbuto separatore da ml 2000 (imbuto separatore n. 5).

8.5 *Diluizione ed estrazione del DMSO con isoottano*:

Gli estratti di DMSO-acido fosforico si sono pertanto diluiti nei ml 480 di acqua bidistillata presenti nell'imbuto separatore numero 5.

Estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti e separare la fase acquosa inferiore in un imbuto separatore da ml 2000, (imbuto separatore n. 6), contenente anch'esso ml 80 di isoottano.

Ripetere l'estrazione e, dopo separazione delle fasi, scartare la fase acquosa.

Ciascuno dei due estratti isoottanici da ml 80, rimasti nei due imbuti separatori da ml 2000 (imbuti separatori n. 5 e n. 6), viene lavato con tre aliquote successive, di ml 100 ciascuna, di acqua bidistillata, che di volta in volta, dopo separazione, vengono scartate. Il tempo di sbattimento per questi lavaggi è di 1 minuto ogni volta. (Durante questi lavaggi curare particolarmente la separazione delle fasi, essendo possibile la formazione di leggere emulsioni sul menisco di separazione. Un tempo di decantazione più prolungato è sufficiente ad ovviare tale inconveniente).

Filtrare il primo estratto attraverso un imbuto di Buchner con setto poroso contenente g 35 di sodio solfato anidro prelevato con isoottano, raccogliendo in beuta da evaporazione da ml 250.

Lavare l'imbuto separatore n. 5 con il secondo estratto isoottanico che viene poi passato sullo stesso filtro.

Lavare nell'ordine gli imbuti separatori numeri 6 e 5 con una unica aliquota di isoottano di ml 20, passandola poi attraverso lo stesso filtro.

8.6 *Concentrazione dell'estratto isoottanico per evaporazione*:

Quando i due estratti isoottanici ed il rispettivo liquido di lavaggio sono riuniti nella beuta da evaporazione, aggiungere ml 1 di n. esadecano ed evaporare in evaporatore rotante su bagnomaria a 80°C, sotto lieve corrente di azoto ed in leggerissima aspirazione. Interrompere l'evaporazione quando resta un volume residuo non superiore a ml 1. Aggiungervi 2 aliquote successive di isoottano, di ml 10 ciascuna. Rievaporare ogni volta e riprendere il volume residuo finale di ml 1 con ml 5 di isoottano. Trasferire quantitativamente in un palloncino tarato da ml 25, lavando la beuta da evaporazione 4 volte, ogni volta con ml 4 di isoottano e portare a volume con lo stesso solvente.

8.7 *Determinazione spettrofotometrica U.V.*:

Determinare la curva di assorbimento, tra 280 e 400 mμ:

a) della soluzione relativa al bianco reattivi rispetto ad isoottano;

b) della soluzione relativa al campione di paraffina in esame rispetto al bianco reattivi.

8.8 *Limiti di assorbimento per l'idoneità della paraffina*:

Come precedentemente indicato, il limite massimo per il bianco relativi non deve superare, a 280 mμ, il valore di 0,040 per cm. 1 di spessore ottico; il campione di paraffina in esame può essere ritenuto idoneo all'impiego se l'assorbimento per cm 1 di percorso ottico non supera i seguenti limiti:

tra 280 e 289 mμ 0,15
tra 290 e 299 mμ 0,12
tra 300 e 359 mμ 0,08
tra 360 e 400 mμ 0,02

Se i valori di assorbimento superano detti limiti procedere come segue:

8.9 *Riduzione con sodio boroidruro*:

Trasferire quantitativamente la soluzione isoottanica in una beuta da evaporazione da ml 250 ed evaporare con evaporatore rotante, con la tecnica già descritta, fino ad ottenere ml 1 di n. esadecano.

Aggiungere ml 10 di alcool metilico e circa g 0,3 di sodio boroidruro con l'apposito dosatore, avendo cura di limitare al massimo l'esposizione all'aria di detto sale. L'uso del dosatore tarato elimina detto inconveniente e consente di introdurre il reattivo direttamente nella beuta senza farlo aderire allo smeriglio, il che potrebbe successivamente impedire il distacco della beuta dal refrigerante.

Innestare rapidamente il refrigerante a ricadere di Liebig a circolazione d'acqua e provvisto alla sommità di un tubo di essiccamento. Lasciare a sè per 30 minuti a temperatura ambiente e con intermittente agitazione.

Al termine di detto periodo disinserire il refrigerante ed evaporare cautamente l'alcool metilico, con evaporatore rotante, in leggera corrente di azoto e sotto lieve aspirazione, senza immergere la beuta nel bagnomaria, fino ad un volume residuo di circa ml 3-4.

Aggiungere nella beuta ml 10 di isoottano ed evaporare fino a ml 3-4 di volume residuo; aggiungere nuovamente ml 10 di isoottano ed interrompere l'evaporazione quando residua un volume finale di circa ml 5.

8.10 *Eliminazione del sodio boroidruro*:

Trasferire quantitativamente l'estratto concentrato in un imbuto separatore da ml 100, lavando la beuta con ml 5 di isoottano. Disciogliere il sodio boroidruro rimasto nella beuta con ml 5 di acqua bidistillata, favorendo la completa dissoluzione mediante lieve riscaldamento su bagnomaria. Trasferire la soluzione nello stesso imbuto separatore. Lavare la beuta con altre 3 aliquote, di ml 5 ciascuna, di acqua bidistillata ed infine con ml 5 di isoottano, trasferendo ogni lavaggio nello stesso imbuto separatore.

Estrarre per agitazione di 1 minuto e separare la fase acquosa trasferendola in un secondo imbuto separatore da ml 100. Aggiungere ml 5 di isoottano estrarre per 1 minuto e scartare la fase acquosa.

Filtrare il primo estratto isoottanico di ml 15 attraverso un imbuto conico con setto poroso contenente g 6 di sodio solfato (previamente lavato con isoottano), raccogliendo in beuta da ml 50.

Lavare il primo imbuto separatore con il secondo estratto isoottanico di ml 5, che viene riunito nella beuta da ml 50 per filtrazione sullo stesso sodio solfato anidro. Effettuare un ultimo lavaggio nell'ordine, del secondo e del primo imbuto separatore con un'unica aliquota di ml 5 di isoottano, che viene riunita ai due precedenti estratti nella beuta, sempre dopo passaggio attraverso lo stesso filtro di sodio solfato.

8.11 *Purificazione per cromatografia in colonna*:

Preparare la colonna cromatografica come segue: pesare g 14 di miscela ossido di magnesio-celite 545 in rapporto 2 : 1 ed introdurre l'assorbente nella colonna cromatografica curando l'impaccamento e la continuità della stessa con l'aiuto di una bacchetta di vetro appiattita ad una estremità, di diametro di poco inferiore a quello della colonna stessa. In tal modo l'altezza dell'impaccamento deve risultare di cm 10-11. Inserire un alimentatore da ml 500 sulla sommità della colonna cromatografica e percolare ml 100 di isoottano. Aggiustare la pressione dell'azoto con l'apposito raccordo in modo che la velocità del flusso dell'isoottano uscente dalla colonna sia di 2-3 ml al minuto.

Interrompere la pressione appena prima che l'ultima parte dell'isoottano raggiunga il livello dell'assorbente (evitare che il livello del liquido vada sotto il livello dell'assorbente).

Trasferire in colonna l'estratto isoottanico contenuto nella beuta da ml 50, lavando quindi la stessa con ml 10 di isoottano. Lasciare assorbire in colonna la soluzione e, prima che raggiunga il livello dell'assorbente, aggiungere nell'alimentatore ml 80 di isoottano.

Percolare alla velocità suddetta e, appena prima che l'isoottano raggiunga il livello dell'assorbente, aggiungere ml 100 di miscela di benzene al 10% in isoottano e proseguire la percolazione alla stessa velocità.

Appena prima che questa raggiunga il livello dell'assorbente aggiungere ml 25 di miscela di benzene al 20% in isoottano e proseguire alla stessa velocità, fino a che tutta la miscela dei solventi aggiunta sia stata allontanata. Scartare le frazioni fin qui raccolte.

Aggiungere nell'alimentatore la miscela acetone-benzene-acqua, in volume di ml 300 e percolare alla velocità di ml 2-3 al minuto.

Raccogliere l'eluato in una beuta da ml 500, fino ad esaurimento della miscela stessa dalla colonna.

8.12 *Evaporazione dell'eluato*:

Aggiungere ml 1 di n. esadecano ed evaporare con evaporatore rotante, su bagnomaria a 60°C, fino ad un volume residuo di ml 1 circa. Aggiungere successivamente due aliquote, ciascuna di ml 10, di alcool metilico, per favorire l'allontanamento del benzene ed evaporare ogni volta fino a ml 1 circa.

Al volume residuo finale aggiungere ml 5 di isoottano e trasferire quantitativamente in palloncino tarato da ml 25, lavando la beuta di evaporazione con successive 4 aliquote, ciascuna di ml 4 di isoottano e portare infine a volume con lo stesso solvente.

8.13 *Determinazione spettrofotometrica U.V.*:

Determinare la curva di assorbimento, tra 250 e 400 mμ :

a) della soluzione relativa al bianco reattivi rispetto ad isoottano;

b) della soluzione relativa al campione di paraffina in esame rispetto al bianco reattivi.

Il limite massimo di assorbimento per il bianco reattivi non deve superare, a 280 mμ il valore di 0,070 per cm 1 di percorso ottico.

Per il campione di paraffina in esame valgono i valori indicati al punto 8.8 « Limiti di assorbimento per l'idoneità della paraffina ».

2. *Oli di vasellina.*

Principio - Diluizione del campione di olio con ugual volume di n.esano, estrazione con dimetilsolfossido (D.M.S.O.), lavaggio dell'estratto con piccolo volume di n.esano e determinazione spettrofotometrica dell'assorbimento nell'U.V. tra 260 e 350 nm.

Limite di assorbimento stabilito - 0,100 nel campo tra 260 e 350 nm.

Scarto analitico - ± 0,020 espresso come assorbimento nell'U.V. rispetto alla lettura spettrofotometrica ottenuta.

Reattivi e sostanze ausiliarie.

n.esano puro per spettrofotometria;

Isoottano puro per spettrofotometria;

Dimetilsolfossido (D.M.S.O.) puro per spettrofotometria;

Naftalene puro per analisi;

Soluzione standard di riferimento: soluzione contenente mg 7,0 di naftalene per litro di isoottano. Tale soluzione, esaminata a 275 nm in celle di cm 1 di percorso ottico, deve dare un assorbimento approssimativamente uguale a 0,300.

Apparecchiatura.

Spettrofotometro per ultravioletto, attrezzato con celle di quarzo munite di tappo di quarzo o in politetrafluoroetilene;

Imbuti separatori con tappo di vetro e rubinetto in politetrafluoroetilene, della capacità di ml 100 e di ml 50;

Centrifuga da laboratorio, con motore elettrico, capace di raggiungere a pieno carico 2500 giri/minuto, munita di tubi conici da ml 10 di vetro, con tappi in politetrafluoroetilene;

Pipette da ml 5;

Cilindri graduati da ml 25.

Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte ed infine con acqua distillata. Inoltre immediatamente prima dell'uso, lavare la vetreria con n.esano.

Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare i rubinetti: la tenuta viene garantita dai rubinetti in politetrafluoroetilene, dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata.

Si richiama l'attenzione sulla rigorosa necessità di effettuare l'intero procedimento senza alcun intervallo e nel tempo minore possibile, evitando soprattutto l'esposizione all'aria dell'estratto in D.M.S.O.

Infatti il D.M.S.O. è molto igroscopico e reagisce con l'ossigeno presente nell'aria; tracce di umidità possono dare valori di assorbimento inferiori a quelli reali: e tracce di ossigeno disciolto possono dare valori superiori a quelli reali.

L'eventuale presenza di antiossidanti volontariamente aggiunti all'olio può interferire nella determinazione. Pertanto il metodo deve essere applicato all'olio non additivato o, se applicato all'olio additivato, deve essere detratto il valore di assorbimento spettante all'antiossidante presente.

Procedimento.

Misurare ml 25 di olio del campione in esame nel cilindro graduato e trasferirli nell'imbuto separatore e mescolare.

Prelevare con una pipetta ml 5 di D.M.S.O., introdurli nell'imbuto separatore ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sè per 15 minuti, cioè fino a quando lo strato inferiore non appaia limpido.

Trasferire lo strato inferiore nell'imbuto separatore da ml 50, aggiungere ml 2 di n.esano ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sè per alcuni minuti. Quindi trasferire la maggior parte dello strato inferiore in un tubo conico da centrifuga da ml 10, avendo cura di non prelevare il velo di emulsione presente eventualmente tra le due fasi.

Immediatamente chiudere con il rispettivo tappo il tubo da centrifuga e centrifugare per 10 minuti a 2500 giri/minuto. Per mezzo di una pipetta da ml 5 trasferire la parte inferiore del liquido, perfettamente limpida, in una cella spettrofotometrica di cm 1 di percorso ottico. Se il liquido non è perfettamente limpido proseguire la centrifugazione.

Parallelamente effettuare una prova in bianco nel modo seguente: con una pipetta prelevare ml 5 di D.M.S.O. ed introdurli in un imbuto separatore da ml 50 insieme a ml 25 di n.esano. Estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sè per 2 minuti e quindi trasferire cautamente la maggior parte dello strato inferiore in un tubo da centrifuga da ml 10.

Chiudere immediatamente il tubo con il rispettivo tappo e centrifugare per 10 minuti a 2500 giri/minuto.

Per mezzo di una pipetta da ml 5 trasferire la parte inferiore del liquido, perfettamente limpida, in una cella spettrofotometrica da cm 1 di percorso ottico.

Immediatamente chiudere con i tappi di politetrafluoroetilene le due celle contenenti rispettivamente l'estratto relativo al campione in esame e quello relativo al bianco reattivo, ed effettuare la misura spettrofotometrica del primo rispetto al secondo, alle seguenti lunghezze d'onda: 260, 264, 270, 275, 280, 285, 290, 295, 300, 325, 350 nm prendendo nota delle letture fino alla terza cifra decimale.

Se tutte le operazioni indicate sono eseguite in modo rapido e corretto, tendente ad evitare ogni intervallo ingiustificato tra una fase e l'altra ed ogni esposizione apprezzabile dell'estratto in D.M.S.O. all'aria, quanto descritto è sufficiente a dare valori esatti. Nel caso in cui le rigorose condizioni sopraindicate non potessero essere rispettate si può effettuare un lavaggio dell'estratto e del bianco reattivi con azoto, nella stessa cella spettrofotometrica, al fine di allontanare l'ossigeno eventualmente disciolto. Detto lavaggio si esegue nel modo seguente: introdurre nelle due celle rispettivamente due tubi di vetro (diametro int. mm. 5) sfilati a capillare (diametro interno mm. 0,5) e collegati con una bombola di azoto purissimi, secco ed esente da ossigeno (purezza 99,999 % minimo), munita di riduttore di pressione. Il lavaggio con azoto deve essere sotto forma di una corrente abbastanza rapida in bolle molto fini, e protratto per 15 minuti, avendo cura di non inquinare in alcun modo l'estratto. Al termine del lavaggio chiudere immediatamente le celle con i rispettivi tappi e procedere alla misura spettrofotometrica.

Si richiama l'attenzione sulla delicatezza dell'operazione che, dovendo essere effettuata sull'estratto stesso da sottoporre alla misura spettrofotometrica, richiede particolari cure.

Valutazione.

L'assorbimento dell'estratto del campione in esame, nell'intera regione tra 260 e 350 nm non deve essere superiore a 0,100. Come indicato precedentemente, è ammesso uno scarto analitico espresso in misura di assorbimento, di ± 0,020.

3. *Neri di carbone*:

Principio del metodo:

a) Estratto benzenico: il campione in esame viene sottoposto ad estrazione con benzene, in Soxhelet, per 24 ore; dopo evaporazione a secco del solvente, il residuo ottenuto viene pesato.

b) Assorbimento nell'U.V. dell'estratto - All'estratto benzenico ottenuto nelle stesse condizioni da una pari aliquota dello stesso campione si addizionano ml 1 di n. esadecano, si evapora il solvente con successive aggiunte di alcool metilico per allontanare completamente il benzene, si discioglie il resido in n.esano e si estrae con dimetilsolfossido (DMSO). L'estratto è quindi diluito con acqua e sottoposto a riestrazione con isoottano. La soluzione finale isoottanica finale viene sottoposta ad esame spettrofotometrico nell'U.V., tra 280 e 400 nm.

Limiti:

a) estratto benzenico: non deve essere superiore a 0,1 per cento in peso;

b) assorbimento nell'U.V.: (per cm 1 di percorso ottico):

tra 280 e 289 nm 0,15;
tra 290 e 299 nm 0,12;
tra 300 e 359 nm 0,08;
tra 360 e 400 nm 0,02.

Reattivi e sostanze ausiliarie:

Benzene R.S. per spettrofotometria;

Ovatta sgrassata;

n.Esadecano puro per gas-cromatografia (esente da olefine);

Alcool metilico R.S. per spettrofotometria;

n.Esano puro per spettrofotometria;

Dimetilsolfossido puro per spettrofotometria;

Acqua bidistillata, ottenuta da acqua distillata, ridistillata prima dell'uso su acido solforico e potassiopermanganato;

Sodio solfato anidro granulare RP;

Azoto in bombole, purissimo, al 99,999 per cento.

Apparecchiatura:

Estrattori di Soxhlet, muniti di palloni da ml 500 e di tali da estrazione previamente lavati a riflusso con benzene;

Imbuti separatori, muniti di tappo di vetro e di rubinetto in politetrafluoroetilene, della capacità di ml 100 e di ml 50;

Pipette da ml 1, ml 5 e ml 10;

Imbuti con setto poroso tipo Jena G/1 o 17/D/1;

Palloncini tarati da ml 25;

Evaporatore rotante;

Spettrofotometro per visibile ed ultravioletto, attrezzato con celle da cm 1 e da cm 4 di percorso ottico.

Procedimento:

a) Determinazione dell'estratto benzenico. Pesare in un ditale da estrazione g 25 ± 0,2 del campione in esame e chiudere il ditale stesso con un batuffolo di ovatta sgrassata. Introdurre nel pallone da ml 500 dell'apparecchio di Soxhlet ml 300 di benzene, porre il ditale contenente il campione nello stesso apparecchio ed estrarre per 24 ore. Ad estrazione terminata (avendo cura di riunire nel pallone tutto il solvente di estrazione) si innesta il pallone all'evaporatore rotante e si evapora, senza far bollire, fino a piccolo volume (circa ml 20). Quindi si trasferisce quantitativamente il volume residuo in beker tarato da ml 100 con opportuni piccoli lavaggi nel pallone con benzene. Si evapora a secco su bagnomaria ed infine si secca in stufa fino a peso costante (generalmente è sufficiente 1 ora). Si raffredda in essiccatore e si pesa.

Parallelamente evaporare, nelle stesse condizioni, un volume di benzene pari a quello impiegato per l'estrazione e per i lavaggi. Il peso del residuo del solvente va detratto da quello del residuo dato dal campione in esame.

b) Controllo dell'assorbimento all'U.V. — Premessa: Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte ed infine con acqua distillata.

Inoltre, immediatamente prima dell'uso lavare la vetreria con n.esano.

Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare i rubinetti: la tenuta viene garantita dai rubinetti in politetrafluoroetilene. Dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata. Pesare in un ditale di estrazione g 25 ± 0,2 del campione in esame ed effettuare l'estrazione in Soxhlet con benzene per 24 ore, con le stesse modalità indicate precedentemente. Aggiungere all'estratto benzenico ml 1 di n.esadecano ed evaporare in evaporatore rotante, sotto lieve corrente di azoto, fino al volume di ml 1 di n.esadecano.

Per tre volte consecutive aggiungere al residuo ml 10 di alcool metilico ed evaporare ogni volta fino al volume di ml 1 per allontanare ogni traccia di benzene.

Aggiungere al residuo nello stesso pallone, ml 20 di n.esano, eventualmente riscaldando leggermente su bagnomaria, in modo da ottenere la completa dissoluzione del residuo. Trasferire in imbuto separatore da ml 100, completando il trasferimento con due successivi lavaggi del pallone, ciascuno con ml 3 di n.esano.

Aggiungere ml 5 di D.M.S.O. ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sè per alcuni minuti fino a perfetta separazione delle due fasi. Trasferire cautamente lo stato inferiore in un secondo imbuto separatore da ml 50 contenente ml 10 di acqua bidistillata. Pertanto l'estratto in D.M.S.O. è così diluito nell'acqua bidistillata.

Aggiungere ml 5 di isottano ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Dopo separazione delle fasi, trasferire lo strato acquoso inferiore in altro imbuto separatore da ml. 50 già contenente ml 5 di isoottano. Estrarre per 2 minuti e dopo separazione delle fasi, scartare la fase acquosa.

Lavare ciascuno dei due strati isoottanici con due successive aliquote di ml 5 di acqua bidistillata, scartando ogni volta lo strato acquoso. Filtrare il primo strato isoottanico attraverso un imbuto con setto poroso contenente g. 3,5 di sodio solfato anidro (precedentemente lavato con isoottano), raccogliendo in un palloncino tarato da ml 25. Lavare il primo imbuto separatore con il secondo estratto isoottanico e trasferire il lavaggio, attraverso lo stesso imbuto di filtrazione, nello stesso palloncino tarato. Lavare nell'ordine il secondo ed il primo imbuto separatore con ml 5 di isoottano e trasferire il lavaggio, attraverso l'imbuto di filtrazione, nel palloncino tarato. Portare al volume di ml 25 con isoottano. Determinare l'assorbimento spettrofotometrico della soluzione nella regione compresa tra 280 e 400 nm, in celle da cm 4 di percorso ottico, assumendo come riferimento l'estratto ottenuto da una prova in bianco con tutti i solventi e reattivi e attraverso l'intero procedimento descritto, in assenza del campione in esame.

SEZIONE 5. — CONTROLLO ANALITICO DELLA COMPOSIZIONE DELLE PELLICOLE DI CELLULOSA RIGENERATA

Principio del metodo

Si procede anzitutto all'*identificazione del tipo di cellulosa rigenerata*: se ambedue i lati della pellicola danno, con bleu di metilene, una colorazione bleu, si tratta di cellulosa rigenerata normale non laccata; se un lato non reagisce, la pellicola è monolaccata; se nessuno dei due lati reagisce, la pellicola è bilaccata. Inoltre, toccando le superfici laccate con una soluzione solforica di difenilammina, una colorazione gialla che vira a bleu indica che si tratta di lacca nitrocellulosica, mentre l'assenza della reazione indica una lacca di diversa natura.

Sulle pellicole si determina l'*umidità* con il reattivo di K. Fisher.

Il controllo delle pellicole di cellulosa normale non laccata è basato sul seguente principio: si asportano, mediante ripetuti lavaggi con acqua, a caldo, le sostanze idrosolubili; quindi si estraggono gli *additivi* con miscela di cloroformio-alcool etilico e vengono determinati per pesata; viene determinata per pesata anche la *cellulosa rigenerata*, già privata delle sostanze solubili in acqua e di quelle solubili in solventi organici. Gli *ammorbidenti* vengono determinati per differenza tra 100 e la somma della cellulosa rigenerata e degli additivi. Tutte le percentuali trovate sono riferite alla cellulosa rigenerata anidra.

Il controllo delle pellicole di cellulosa rigenerata monobilaccate viene effettuato asportando anzitutto, mediante l'uso di una apposita cella, la *lacca* superficiale, che viene determinata per pesata. Successivamente la pellicola viene esaminata secondo le modalità previste per la cellulosa rigenerata normale non laccata, per la determinazione degli additivi, della cellulosa rigenerata e degli ammorbidenti.

1. *IDENTIFICAZIONE DEL TIPO DI CELLULOSA RIGENERATA IN ESAME*

1.1 *Identificazione della cellulosa rigenerata normale, monolaccata, bilaccata*

Porre alcune gocce di una soluzione acquosa al 4% di bleu di metilene su un campione della pellicola in esame non stampata e non accoppiata. Lasciare a contatto il reattivo per un minuto, quindi lavare con acqua di fonte e asciugare con carta da filtro.

Se nei punti di contatto del reattivo permane una netta colorazione bleu, la superficie esaminata non è laccata

Ripetere il saggio sull'altro lato del campione. Se anche in questo caso si ottiene una colorazione bleu, la pellicola è *normale*. Se uno solo dei due lati presenta la colorazione bleu, la pellicola è *monolaccata*. Se nessuno dei due lati presenta la colorazione bleu, la pellicola è *bilaccata*.

1.2 *Identificazione della cellulosa rigenerata monolaccata o bilaccata alla nitrocellulosa*

Tale saggio si applica alle superfici riconosciute come laccate, allo scopo di distinguere se trattasi di lacca alla nitrocellulosa o di altro tipo.

Sciogliere alcuni cristalli di difenilammina in ml 2-3 di acido solforico concentrato. Porre una goccia del reattivo così preparato sulla superficie in esame. Se la goccia di reattivo si colora in giallo e vira al bleu, la superficie in esame è laccata alla nitrocellulosa.

2. *CONTROLLO DELLE PELLICOLE DI CELLULOSA RIGENERATA NORMALE*

2.1 *Preparazione del campione d'analisi*

Prelevare un campione medio di cellulosa rigenerata normale non stampata del peso di g 20 circa, ritagliarlo in pezzi di circa cm 2×2 e conservarlo in recipiente chiuso.

2.1.1 *Per la determinazione dell'umidità*

Dal campione di analisi indicato in 2.1 prelevare 3 aliquote, ciascuna da g. 0,5 circa, pesate con l'esattezza di g. 0,0002 in pesafiltri, da impiegare per la determinazione dell'umidità in triplo. Prima di effettuare le pesate i pezzi devono essere ulteriormente tagliati in frammenti di circa cm 0,5 × 0,5. Conservare nei pesafiltri chiusi.

2.1.2 *Per la determinazione degli additivi della cellulosa e degli ammorbidenti*

Dal campione di analisi indicato in 2.1 prelevare 3 aliquote, ciascuna di g 2 circa, in altrettanti pesafiltri, pesate con l'esattezza di g 0,0002. Conservare nei pesafiltri chiusi.

2.2 *Determinazione dell'umidità*

I campioni preparati secondo 2.1.1 vengono sottoposti alla determinazione dell'umidità. Sia p il peso di ciascun campione in grammi.

Nel recipiente di titolazione di un'apparecchiatura di K. Fisher si pongono ml 20 di alcool metilico anidro e si neutralizza fino al viraggio dal giallo paglierino al giallo rossastro con reattivo K. Fisher (metodo visivo) od elettrometricamente, sotto agitazione magnetica.

Si versano quindi rapidamente i ritagli del campione esattamente pesati nello stesso recipiente di titolazione, si chiude ermeticamente e si agita per circa 15 minuti con agitatore magnetico.

Si titola con lo stesso reattivo, fino al viraggio dal giallo paglierino al giallo rossastro (metodo visivo) od elettrometricamente.

Sia a il consumo in ml di reattivo.

Si determina poi l'equivalente in acqua del reattivo impiegato. A questo scopo ml 10 di alcool metilico sono neutralizzati come sopra descritto, con lo stesso reattivo, senza tener conto del volume impiegato; quindi si pone nel recipiente di titolazione un quantitativo esattamente pesato di tartrato sodico diidrato (g 0,2 circa), conservato in essicatore. Si titola nuovamente fino a viraggio.

L'equivalente in acqua del reattivo è dato da:

$$e = \frac{\text{peso del tartrato sodico in } g \times 0{,}1566}{\text{ml di reattivo impiegato}} = \frac{g\ H_2O\ \text{equivalenti}}{a\ 1\ \text{ml di reattivo}}$$

Il contenuto in umidità (w%) è dato da:

$$w\,\% = \frac{a \times e \times 100}{p}$$

2.3 *Determinazione degli additivi, della cellulosa e degli ammorbidenti*

Ognuno dei 3 campioni preparati secondo il punto 2.1.2, ciascuno di peso q, in grammi, viene posto in becher da ml 250, già contenente ml 100 di acqua distillata preriscaldata. Portare all'ebollizione per 10 minuti, agitando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro.

Scartare il liquido di estrazione. Ripetere altre due volte l'estrazione della cellulosa, secondo le stesse modalità, ogni volta con ml 100 di acqua e scartare i liquidi di estrazione.

Sottoporre la cellulosa rigenerata ad un ulteriore lavaggio con ml 150 di acqua distillata fredda, che vengono poi scartati.

Per la determinazione degli additivi (*) e della cellulosa e per il calcolo degli ammorbidenti si procede come segue:

2.3.1 *Determinazione degli additivi* (A%)

La cellulosa proveniente dall'estrazione con acqua indicata al punto 2.3 previamente asciugata nel becher sul bagnomaria, viene posta in contatto, nello stesso becher da ml 250, con ml 100 di miscela cloroformio-alcool etilico (1 : 1); coprire con vetro da orologio e scaldare su bagnomaria per 2 ore a 50°C, agitando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro. Travasare il liquido di estrazione in becher da ml 100 tarato ed evaporatore su bagnomaria.

Ripetere una seconda estrazione con altri ml 100 della stessa miscela, con identiche modalità, versando il liquido di estrazione nello stesso becher, allontanando completamente il solvente su bagnomaria.

Porre in stufa a 100°C per 2 ore e pesare. Effettuare una prova in bianco evaporando ml 200 della stessa miscela e determinando il peso del residuo, che va detratto da quello degli additivi determinati. Sia y il peso degli additivi trovato e così corretto; il contenuto in additivi, riferito alla cellulosa rigenerata anidra è dato da:

$$A\,\% = \frac{y}{q \cdot (100 - w)} \cdot 100.100$$

2.3.2 *Determinazione della cellulosa* (B%)

La cellulosa proveniente dall'estrazione con miscela cloroformio-alcool etilico (punto 2.3.1), raccolta nel becher da ml 250, già bene strizzata mediante bacchetta di vetro si pone in pesafiltro tarato e con esso in stufa a 100°C per 15 ore. Allo scadere del tempo si mette a raffreddare in essicatore per 20 minuti e si pesa. Sia x il peso trovato in grammi.

Il contenuto in cellulosa è dato da:

$$B\,\% = \frac{x}{q \cdot (100 - w)} \cdot 100.100$$

2.3.3 *Calcolo degli ammorbidenti* (C%)

Il contenuto in ammorbidenti rispetto a g 100 di cellulosa rigenerata anidra si ottiene da:

$$C\,\% = 100 - (A + B)$$

3. *CONTROLLO DELLE PELLICOLE DI CELLULOSA RIGENERATA MONOLACCATA O BILACCATA*

3.1 *Preparazione del campione d'analisi*

Prelevare un campione medio non stampato costituito da n. 6 fogli, ciascuno delle dimensioni di cm 26 × 15, e determinarne il peso con la esattezza di g 0,0002.

Calcolare il peso medio g/cm², dividendo il peso ottenuto per la superficie totale (riferita ad un solo lato), pari a cm² 2340. Sia r il peso in g/cm² della cellulosa rigenerata mono o bilaccata tal quale. I sei fogli prelevati vengono così ripartiti:

3.1.1 *Per la determinazione dell'umidità*

N. 2 fogli vengono ritagliati in frammenti di circa cm 0,5 × × 0,5. Se ne prelevano quindi 3 aliquote, ciascuna di g 0,5 circa, pesate con l'esattezza di g 0,0002 in pesafiltri, da impiegare per la determinazione in triplo.

3.1.2 *Per la determinazione della lacca, degli additivi, della cellulosa e per il calcolo degli ammorbidenti*

N. 4 fogli vengono adibiti a tale scopo.

3.2 *Determinazione dell'umidità*

3.2.1 *Su pellicole mono o bilaccate alla nitrocellulosa*

La determinazione dell'umidità si esegue esattamente secondo quanto indicato al punto 2.2 per la cellulosa rigenerata normale.

3.2.2 *Su pellicole mono o bilaccate, non alla nitrocellulosa*

La determinazione dell'umidità si esegue secondo quanto indicato al punto 2.2, con le seguenti modifiche:

— in sostituzione dell'alcool metilico si adotta la miscela solvente anidra costituita da:

alcool metilico 40 parti (in volume)
toluolo 42 parti (in volume)
etile acetato 18 parti (in volume)
piridina 5 parti (in volume).

Inoltre il tempo di estrazione, indicato al punto 2.2 in 15 minuti, va aumentato a 25 minuti.

3.3 *Determinazione della lacca, degli additivi, della cellulosa e calcolo degli ammorbidenti*

3.3.1 *Determinazione della lacca*

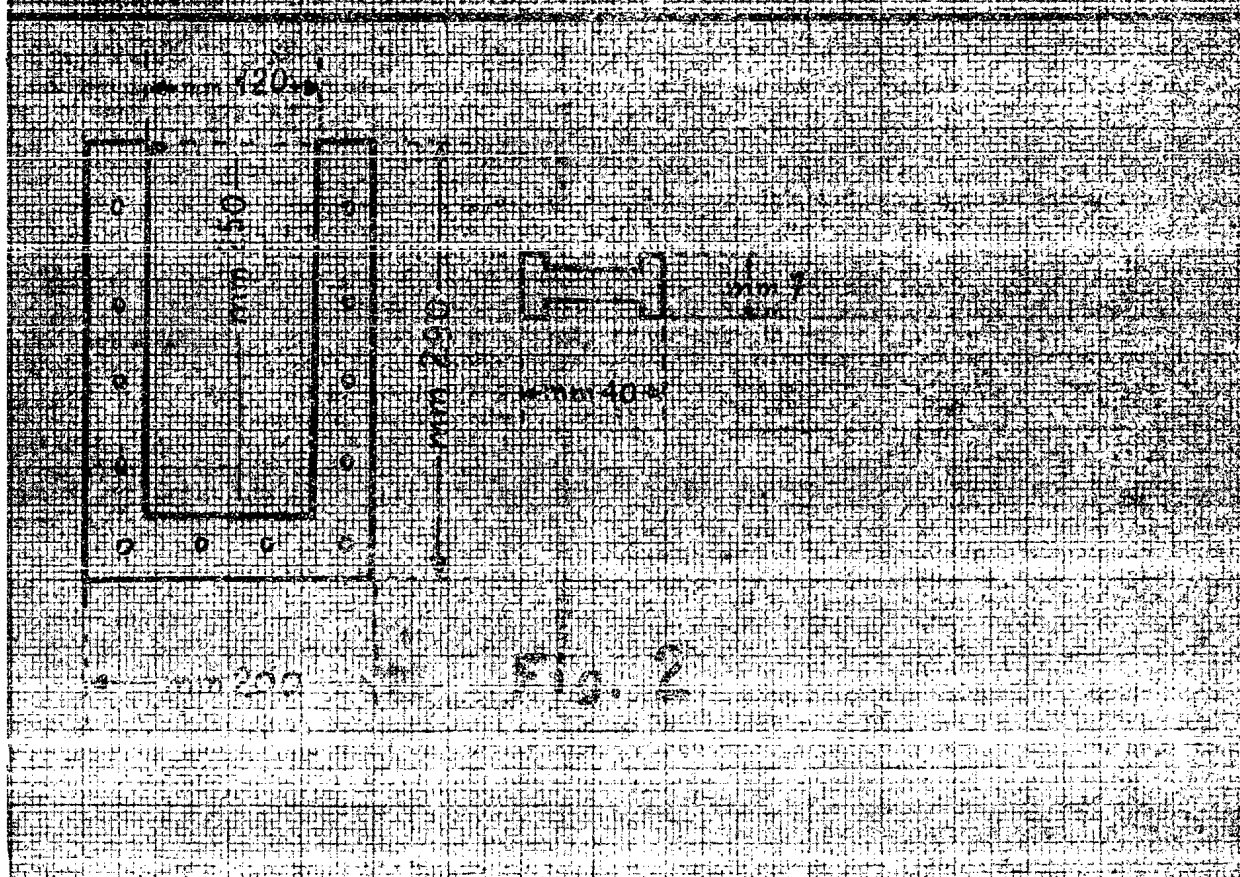
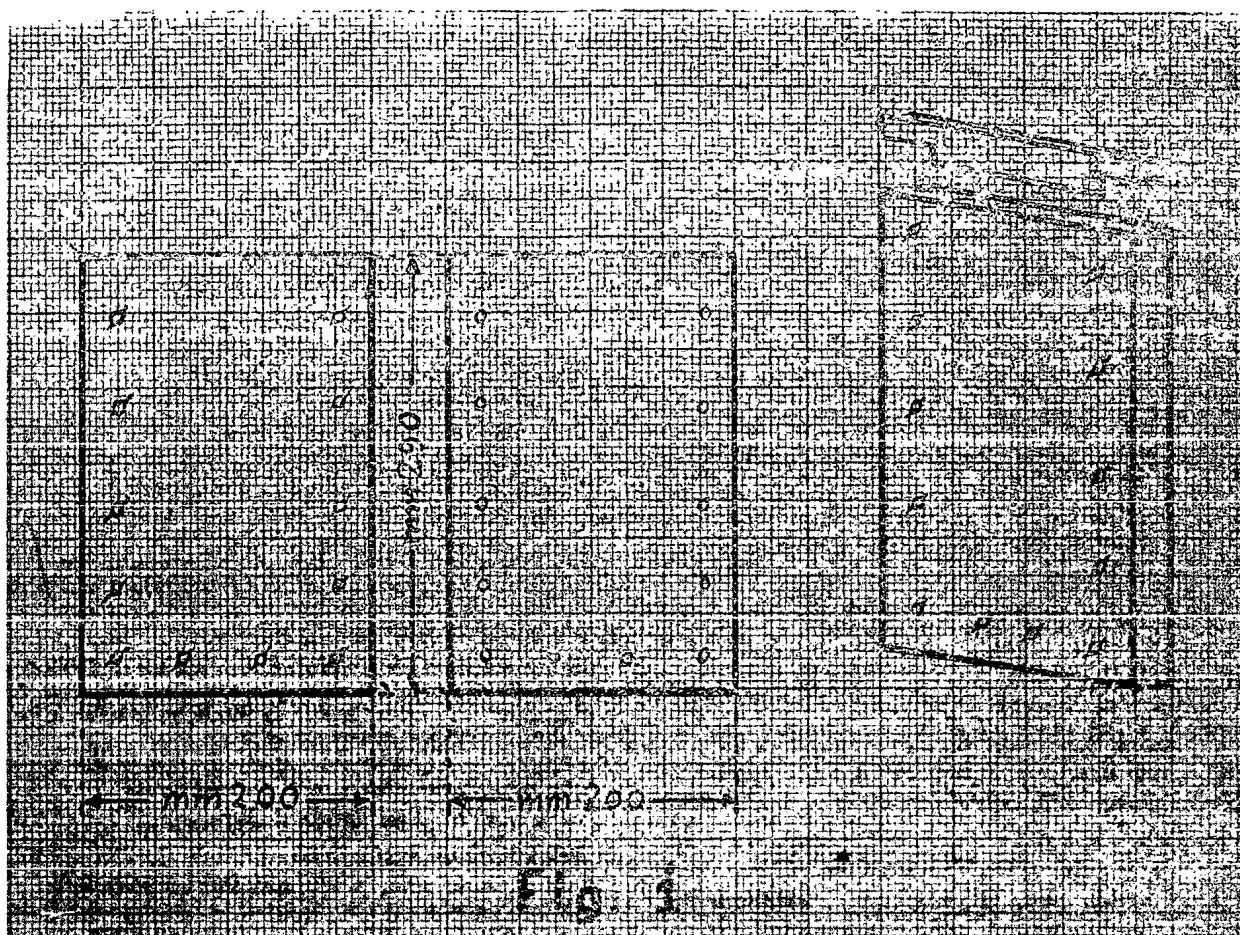
3.3.1.1 *Generalità sul procedimento*

La determinazione si effettua facendo uso dell'apposita cella (Fig. n. 1), costituita da due lastre di acciaio inossidabile, perfettamente liscie, delle dimensioni di cm 29 × 20, collegabili strettamente l'una all'altra mediante viti di fissaggio passanti attraverso uno spessore di bordo in teflon (Fig. n. 2).

Due fogli della pellicola in esame, ciascuno delle dimensioni di cm 26 × 15, vengono inseriti a contatto con le lastre metalliche, nel loro lato interno, e separati tra loro dallo spessore di bordo in teflon, avendo cura che il lato della pellicola rivolto verso l'interno della cella sia quello destinato al contatto con gli alimenti.

La cella così costituita determina una superficie esposta al contatto con il solvente pari a 2 · (cm 25 × 12) = cm² 600, ed ha una capacità di cm³ 210.

(*) Nella fase acquosa, oltre agli ammorbidenti, possono disciogliersi anche i composti idrosolubili indicati nell'allegato A, punto 1, voce additivi. Tali composti, impiegati nel corso della lavorazione, che possono residuare in tracce nel prodotto finito e non determinano, nelle condizioni d'impiego, problemi di ordine sanitario, vanno calcolati, ai fini analitici, insieme agli ammorbidenti.

mm 200
mm 200
mm 200
Fig. 1
mm 120
mm 50
mm 200
mm 40
Fig. 2

3.3.1.2 *Pellicole di cellulosa rigenerata laccata alla nitrocellulosa*

I due fogli in esame vengono inseriti nella cella come già indicato, facendo in modo che essi risultino perfettamente tesi. Quando la cella è strettamente serrata introdurvi cautamente con un piccolo imbuto ml 200 di acetone distillato.

Lasciare a sè per 10 minuti, quindi sifonare con ogni cura il liquido di estrazione con un dispositivo di sifonamento, raccogliendo in becher da ml 600. Effettuare una seconda estrazione in modo identico con altri ml 200 di acetone distillato, riunendo il secondo al primo estratto.

Trasferire l'intero estratto acetonico in evaporatore rotante o in un distillatore equivalente e concentrare fino ad un volume di ml 80-100.

Trasferire il volume residuo in becher tarato da ml 100 ed allontanare completamente il solvente su bagnomaria. E' importante evitare l'ebollizione allo scopo di ottenere, sul fondo del becher, un film continuo costituito dalla lacca nitrocellulosica.

Lavare il residuo con due aliquote di acqua distillata bollente ciascuna di ml 50, operando in modo che la pellicola si distacchi dal fondo e scartando poi i due liquidi di lavaggio.

Il residuo contenuto nel becher da ml 100 viene portato su bagnomaria per allontanare la maggior parte dell'acqua e quindi essiccato in stufa a 100°C, fino a peso costante. Sia v il peso ottenuto, in mg. La quantità di lacca è data da:

$$V = \frac{v}{6} \text{ mg/dm}^2 \text{ oppure da: } V\% = \frac{v \cdot 100}{600 \cdot r \cdot 1000} = \frac{V}{6000 \cdot r}$$

3.3.1.3 *Pellicole di cellulosa rigenerata laccata non alla nitrocellulosa*

Si procede esattamente come per la cellulosa rigenerata laccata alla nitrocellulosa, sostituendo all'acetone distillato il pietraidrofurano previamente distillato (con le dovute precauzioni) e riscaldato a 40-45°C.

Il residuo contenuto nel becher da ml 100 viene portato su bagnomaria per allontanare la maggior parte dell'acqua e quindi essiccato in stufa a 100°C, fino a peso costante. Sia v' il peso ottenuto in mg.

La quantità della lacca è data da:

$$V' = \frac{v'}{6} \text{ mg/dm}^2$$

$$\text{oppure: } \frac{v' \cdot 100}{600 \cdot r \cdot 1000} = \frac{v'}{6000 \cdot r}$$

3.3.2 *Determinazione degli additivi, della cellulosa e calcolo degli ammorbidenti*

Tali determinazioni si effettuano sulle pellicole che hanno già subito nell'apposita cella l'estrazione della lacca superficiale indicata al punto 3.3.1.2 per le pellicole laccate alla nitrocellulosa o al punto 3.3.1.3 per le pellicole laccate non alla nitrocellulosa. Nel caso di pellicole bilaccate alla nitrocellulosa o non alla nitrocellulosa, prima di procedere alle determinazioni suddette si deve asportare la lacca anche dal lato non destinato al contatto con alimenti, con la stessa tecnica e con le stesse modalità già descritte. L'estratto contenente la lacca asportata dal lato non destinato al contatto con gli alimenti viene evaporato, lavato con acqua bollente, essiccato e pesato per conoscere la percentuale totale di lacca sui due lati. La pellicola estratta dalla cella viene ritagliata nelle dimensioni di cm 23 × 10, cioè prelevando esclusivamente la parte già esposta al contatto con il solvente ed eliminando i bordi con un margine di sicurezza (ciò risulta chiaramente evidente osservando la pellicola trattata). La pellicola così ottenuta viene lasciata per 30 minuti all'atmosfera ambiente e quindi ritagliata in frammenti di cm 2 × 2 circa. Si riuniscono i frammenti provenienti da due pellicole, corrispondenti cioè alla superficie totale di cm² 460. Non è necessario pesare il campione d'analisi, perché, come indicato ai punti 3.3.1.2 e 3.3.1.3, si fa riferimento al peso calcolato moltiplicando il numero dei cm² prelevati (460) per il peso unitario r (punto 3.1), e detraendo le percentuali di umidità e lacca relative.

Il campione suddetto viene posto in becher da ml 250, già contenente ml 100 di acqua distillata preriscaldata. Si procede poi come indicato ai punti 2.3, 2.3.1 e 2.3.2.

Si adottano per il calcolo le seguenti formule:

Additivi:

$$A\% = \frac{y}{(460 \cdot r) \cdot (100 - w - v)} \cdot 10.000$$

Cellulosa:

$$B\% = \frac{x}{(460 \cdot r) \cdot (100 - w - v)} \cdot 10.000$$

Ammorbidenti:

$$C\% = 100 - (A + B)$$

dove: $A\%$ = percentuale di additivi sulla cellulosa rigenerata anidra

$B\%$ = percentuale di cellulosa sulla cellulosa rigenerata anidra

$C\%$ = percentuale di ammorbidenti sulla cellulosa rigenerata anidra

y = quantità pesata in g di additivi nel campione in esame

x = quantità pesata in g di cellulosa nel campione in esame

r = peso in g di 1 cm² della pellicola mono o bilaccata tal quale

w = percentuale di umidità sulla pellicola mono o bilaccata tal quale

v = percentuale di vernice totale sulla pellicola mono o bilaccata tal quale.

SEZIONE 6. — CONTROLLO ANALITICO DELLA COMPOSIZIONE DELLE CARTE E DEI CARTONI.

Principio del metodo.

Si procede anzitutto alla determinazione dell'umidità per essiccamento in stufa e sia $U\%$ l'umidità trovata. Tutte le determinazioni successive vengono riferite alla sostanza secca.

Su un campione separato si determinano le sostanze di carica mediante combustione e determinazione delle ceneri. Siano $C\%$ le sostanze di carica trovate.

Le sostanze ausiliarie, costituite da sostanze solubili, parzialmente solubili o insolubili in acqua e/o solvente, sono determinate secondo lo schema seguente:

a) un campione di carta o cartone viene estratto a caldo con acqua; l'estratto è evaporato, essiccato, pesato ed espresso come percentuale riferita alla sostanza secca ($s_a\%$); su di esso si effettua poi la determinazione colorimetrica degli amidi disciolti ($s'_a\%$);

b) su un campione separato si procede alla determinazione diretta degli amidi totali ($s''_a\%$).

Conseguentemente, il totale delle sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua $S_a\% = s_a\% - s'_a\% + s''_a\%$;

c) lo stesso campione indicato in *a*), già estratto con acqua, viene estratto con miscela solvente etanolo-benzene 1:2; l'estratto è evaporato, essiccato, pesato ed espresso come percentuale riferita alla sostanza secca ($s_s\%$); su di esso si effettua poi la determinazione ponderale della colofonia disciolta ($s'_s\%$);

d) su un campione separato si procede alla determinazione diretta della colofonia totale ($s''_s\%$).

Conseguentemente, il totale delle sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente $S_s\% = s_s\% - s'_s\% + s''_s\%$;

e) le sostanze ausiliarie insolubili, costituite da sostanze azotate, vengono calcolate moltiplicando per il fattore empirico 4 il valore dell'azoto totale determinato, secondo Kjeldahl, su un campione separato, oppure, nel caso di impiego della sola resina melammina-formaldeide, dal valore della melammina determinata dopo idrolisi.

Sia $I\%$ la percentuale di sostanze ausiliarie insolubili in acqua e/o solvente.

Le sostanze ausiliarie $A\%$ totali sono date da:

$$A\% = S_a\% + S_s\% + I\%$$

Le materie fibrose $F\%$ si calcolano come complemento a 100, cioè:

$$F\% = 100 - (C\% + A\%)$$

Procedimento.

1) UMIDITA'.

Un campione di carta di circa 2 g viene posto in un pesafiltro tarato e lo si pesa con la precisione di 0,001 g. Il pesafiltro viene quindi messo in stufa e, dopo averne rimosso il coperchio, lo si mantiene per 1 ora a 105°C.

Trascorso tale tempo si chiude il pesafiltro e lo si pone in essiccatore, a temperatura ambiente; quindi si pesa.

La perdita in peso è dovuta al contenuto in umidità del campione e si esprime come percentuale U %, riferita al peso originale.

2) SOSTANZE DI CARICA.

Un campione di carta di almeno 2 g viene posto in una capsula o crogiuolo tarato e lo si pesa con la precisione di 0,0001 g. Si brucia la carta su becco Bunsen con piccola fiamma (o anche in muffola) fino a carbonizzazione completa; si lascia quindi in muffola a 525°C ± 25°C, per almeno 1 ora. Si lascia raffreddare la capsula in essiccatore e la si pesa con la precisione di 0,0001 g.

Le operazioni di calcinazione e pesata devono essere ripetute fino a peso costante. Il peso del residuo costituisce il contenuto in sostanze di carica del campione e si esprime come percentuale C %, riferita al peso secco della carta.

3) SOSTANZE AUSILIARIE.

a) Solubili in acqua.

Un campione di carta di 2-3 g, tagliato in frammenti di circa 0,5 cm², viene pesato con la precisione di 0,001 g e posto in estrattore continuo a caldo, a ricadere.

L'estrazione viene condotta con 150 ml di acqua per circa 2 ore. L'estratto acquoso viene concentrato su bagnomaria e quindi portato in un recipiente di peso tarato, dove si continua l'essiccamento fino a secchezza completa. Si porta infine in stufa a 105°C fino a peso costante, con la precisione di 0,001 g.

Il peso del residuo costituisce il totale delle sostanze solubili in acqua e si esprime come percentuale s_a % riferita al peso secco della carta.

Sul residuo si effettua la determinazione degli amidi disciolti (parzialmente solubili), secondo le modalità descritte al paragrafo *b*). Sia s'_a % la percentuale di amidi disciolti, determinata sul residuo dell'estratto acquoso, riferita al peso secco della carta.

b) Determinazione sulla carta degli amidi totali.

Circa 1 g del campione, pesato con l'approssimazione di 0,001 g e tagliato in frammenti di 0,5-1 cm², viene posto in un omogeneizzatore con 60 ml di acqua distillata. Dopo omogeneizzazione, si trasferisce l'omogenato in un becher da 250 ml, lavando l'omogeneizzatore con aliquote di acqua distillata sufficienti per raggiungere il volume complessivo di 100 ml. Si riscalda per 15 minuti in bagnomaria quasi bollente.

Si trasferisce il contenuto del becher in un imbuto con setto poroso da 50 ml, si aspira la soluzione in un pallone da vuoto da 500 ml e si lava il residuo con 10-12 ml di acqua calda. Si interrompe la aspirazione; si aggiungono 25 ml di HCl 1:1 nell'imbuto e si lascia agire per 175-180 secondi, quindi si fa aspirare la soluzione nel pallone. Si interrompe nuovamente l'aspirazione e si aggiungono ancora 25 ml di HCl 1:1, lasciando agire per 3 minuti. Si filtra, si interrompe l'aspirazione e si aggiungono altri 25 ml di HCl concentrato, lasciando agire per 19-20 secondi. Si filtra sotto aspirazione e si agita il pallone in modo che l'HCl si mescoli con il filtrato. Si lava il residuo con circa 200 ml di acqua calda (è bene verificare la completa eliminazione dell'amido dal campione, aggiungendo su questo una o due gocce di una soluzione diluita di iodio: l'amido, anche se presente in tracce, darà una colorazione blu. La reazione deve essere negativa, altrimenti la determinazione non è valida).

Si trasferisce la soluzione cloridrica contenente l'amido in pallone tarato da 500 ml, si raffredda a temperatura ambiente e si porta a volume. Si agita e se la soluzione è torbida per presenza di sostanze estranee o di carica, si centrifugano 50 ml per 10 minuti.

Si prelevano con una pipetta 25 ml di liquido limpido e si trasferiscono in un pallone tarato da 50 ml. Si versano inoltre nel pallone 2,5 ml della soluzione di KI/I_2 (7,5 g di KI e 5,0 g di I_2 si portano a 1000 ml con acqua distillata), si porta a volume con acqua distillata e si agita.

Si misura spettrofotometricamente l'assorbanza della soluzione a 580 nm rispetto ad una soluzione di riferimento costituita da: 25 ml di HCl 1:10, 2,5 ml di soluzione di KI/I_2, diluendo a 50 ml con acqua.

Il contenuto di amido si ricava dalla curva di taratura, preparata come segue:

Curva di taratura: Per preparare la curva di taratura si usa, se possibile, lo stesso amido presente nel campione, altrimenti si usa una miscela di amidi. Si pesano 0,1 g di amido (corretti per umidità e ceneri) in un becher da 250 ml, si aggiungono 100 ml di acqua distillata e si riscalda ancora per 15 min. Si filtra con aspirazione su di un setto poroso, si lava una volta con acqua calda e si filtra nuovamente. Si procede quindi come indicato per il trattamento di estrazione con acido cloridrico nel caso del campione in esame. Il filtrato è diluito a 500 ml in pallone tarato, come già fatto per il campione. Si centrifuga, se necessario, un'aliquota di questa soluzione e se ne prelevano i volumi opportuni, su cui effettuare separatamente le reazioni con soluzione di KI/I_2 per costruire la curva di taratura.

Si sottolinea che il campione così preparato ed il campione in esame devono avere la stessa concentrazione e l'intervallo di tempo per le misure di assorbimento (formazione del complesso amido-iodio) devono essere esattamente uguali.

La soluzione così ottenuta ha la concentrazione di 0,2 g/l (= 0,2 mg/ml). In relazione alla concentrazione dell'amido nel campione, si predispongono le diluizioni seguenti:

Concentrazione di amido nel campione, mg/l	Punti corrispondenti della curva di taratura		
	Soluzione amido 0,2 mg/ml ml	Acqua dist. ml	Soluzione di KI/I_2 ml
10	2,5	0	2,5
20	5	2,5	2,5
30	7,5	5	2,5
40	10	7,5	2,5
50	12,5	10	2,5

Diluire con HCl 1:1 fino al volume di 50 ml.

Sia s''_a % la percentuale di amidi totali determinata, riferita al peso secco della carta.

La percentuale S_a % di *sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua* è data da:

$$S_a\% = s_a\% - s'_a\% + s''_a\%$$

c) Solubili in miscela solvente etanolo-benzene (1:2).

Il campione di carta indicato al punto *a*), già estratto con acqua, viene trattato, per eliminare il residuo di acqua presente, con 50 ml di etanolo, che vengono conservati. Si procede quindi ad una estrazione a caldo con 150 ml di miscela solvente etanolo-benzene 1:2 per 4 ore nello stesso estrattore. L'estratto viene concentrato unitamente ai 50 ml di etanolo di lavaggio e quindi evaporato a secchezza in un recipiente di peso tarato. Si essicca in stufa a 100°C fino a peso costante, con l'approssimazione di 0,001 g.

Il peso del residuo costituisce il totale delle sostanze solubili nella miscela solvente e si esprime come percentuale s_r %, riferita al peso secco della carta.

Sul residuo si effettua la determinazione della colofonia disciolta (parzialmente solubile), secondo le modalità descritte al paragrafo *d*). Sia s'_r % la percentuale di colofonia disciolta, determinata sul residuo dell'estratto in solvente, riferita al peso secco della carta.

d) Determinazione sulla carta della colofonia e derivati totali.

Un campione di 5-7 g, tagliato in strisce, viene pesato con l'approssimazione di 0,1 g.

Se il campione contiene sostanze minerali che reagiscono con l'HCl, si immerge il campione in HCl 1 N per 5 minuti; si filtra, si lava per eliminare l'acido e si essicca a temperatura ambiente.

Le strisce da sottoporre ad estrazione vengono piegate a zig-zag e poste in un estrattore tipo Soxeleth, evitando che aderiscano tra loro. Si aggiunge nel pallone dell'estrattore il sol-

vente costituito da 4 ml di HC concentrato in 1000 ml di etanolo, in volume corrispondente a 2-2,5 volte la capacità del contenitore del sifone. Si procede all'estrazione effettuando circa 15 sifonature all'ora (circa 250 ml di solvente distillato per ora). Il tempo di estrazione è di 2 ore; per carta patinata o collata in superficie è di ore 2 e 1/2.

Al termine dell'estrazione si evapora il solvente, nello stesso pallone, su bagnomaria, fino all'eliminazione dell'odore di alcool e di HCl. Si pone il pallone in stufa a 105°C per 15 minuti, si raffredda a temperatura ambiente e si aggiungono 20 ml di etere anidro. La colofonia si scioglie in 5-30 secondi se non è ricoperta di materiale estraneo; in quest'ultimo caso tale materiale viene eliminato agitando con una bacchetta di vetro. Se la soluzione eterea non è chiara, si lascia riposare per 15-20 minuti per favorire la coagulazione e la deposizione delle sostanze estranee. Si filtra la soluzione su carta da filtro a filtrazione lenta, unendo ad essa il lavaggio del pallone effettuato con 20 ml di etere e raccogliendo la soluzione in un becher previamente portato a peso costante. (In qualche caso può rendersi necessaria una ulteriore filtrazione per ottenere una soluzione chiara).

Si lava il filtro con un'altra aliquota di etere non superiore a 20 ml. Si fa evaporare l'etere nel becher tarato, quindi si essicca in stufa a 105°C per 15 minuti, si raffredda, si pesa con approssimazione di 0,001 g. fino a peso costante (Avvertimento: non porre materiale imbevuto con etere in una stufa con fili elettrici scoperti).

Se sono presenti cere o paraffine, dopo avere pesato il becher con la colofonia e la cera, si aggiungono circa 25 ml di una soluzione alcoolica di idrossido di potassio 0,5 N, si riscalda ad una temperatura non superiore a 60°C per 15 minuti, si raffredda a temperatura ambiente e si trasferisce in un imbuto separatore. In esso si aggiungono 25 ml di etere e 150 ml di acqua distillata, e si agita; si aggiungono 2 g di NaCl, si agita di nuovo e si lasciano separare i due liquidi. Si travasa la soluzione acquosa in un altro imbuto separatore e si lava con 25 ml di etere. Si travasano le due soluzioni eteree in un becher, si lavano i due imbuti separatori con circa 20 ml di etere raccogliendo nello stesso becher. Si evapora cautamente l'etere. Si tratta il residuo secco con etere anidro e si filtra la soluzione risultante su setto poroso per eliminare ogni traccia di NaCl; si evapora il filtrato in un becher tarato. Si essicca il residuo a 105°C, si fa raffreddare e si pesa, con approssimazione di 0,001 g, fino a peso costante.

Il peso ottenuto è dovuto alle cere ed all'insaponificabile della colofonia, che è valutabile in circa il 5% della colofonia.

Per ottenere il peso della colofonia, si sottrae al peso totale della colofonia e della cera già precedentemente determinato, il peso della cera e si divide per 0,95 (per tenere conto dell'insaponificabile della colofonia sommatosi alle cere).

Sia s",% la percentuale di colofonia e derivati determinati sulla carta, riferita al peso secco della carta.

La percentuale S,% di *sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente* è data da:

$$S_{,}\% = s_{,}\% - s'_{,}\% + s''_{,}\%$$

e) *Insolubili in acqua e solvente* (*sostanze azotate*).

Determinazione dell'azoto totale nella carta - Un campione di 2 g circa, pesato con l'approssimazione di 0,005 g, viene posto in pallone Kjeldahl, nel quale si aggiungono 10 g di Na_2SO_4, 0,7 g di HgO e 25 ml di H_2SO_4 cobcentrato. Il solfato di sodio e l'ossido di mercurio possono essere precedentemente mescolati a parte. Si agita leggermente fino a che il campione non sia impregnato dall'acido. Si tiene il pallone in posizione inclinata, sotto cappa di aspirazione, e si riscalda su piccola fiamma o con riscaldatore elettrico. Il riscaldamento deve essere lieve fino a che non cessi la schiuma, poi può essere aumentato in modo di regolare una leggera ebollizione, che si prosegue fino ad ottenere una soluzione limpida.

Quando la soluzione si è raffreddata a temperatura ambiente, si aggiungono circa 300 ml di acqua distillata e 25 ml di soluzione di $Na_2S_2O_3$ (soluzione di tiosolfato sodico: 80 g di $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ si portano a 1000 ml con acqua distillata) per precipitare il mercurio. Si lascia riposare per 5-10 minuti, agitando di tanto in tanto.

In una beuta da 500 ml si aggiungono 50 ml di acido borico con indicatori (*); si connette il tubo di sviluppo del pallone con la beuta, in modo che l'orifizio del tubo stesso sia appena immerso nella soluzione. Si aggiungono nel pallone alcune palline di vetro o di pomice per regolare l'ebollizione. Tramite l'imbuto di carico, munito di rubinetto a tenuta, si introducono cautamente nel pallone 55 ml di soluzione di NaOH al 50%, fredda. Si riscalda il pallone e si distillano circa 150 ml. La beuta di raccolta deve essere protetta dal calore durante la distillazione.

A distillazione ultimata, si disinserisce il tubo di raccolta e si interrompe il riscaldamento. Si lava il tubo di raccolta aggiungendo direttamente il lavaggio al liquido della beuta, si diluisce il distillato fino a circa 250 ml con acqua distillata e si titola fino ad ottenere una colorazione rosa (circa pH 4,9) con HCl 0,1 N. Durante la titolazione il colore passa dal verde al grigio e al rosa. Si esegue una determinazione in bianco usando gli stessi reattivi in assenza del campione.

La percentuale di *sostanze insolubili* (*azotate*) *totali I%* presenti nel campione in esame è data da:

$$I\% = \frac{V \times N \times 0{,}014 \times 100}{P} \cdot 4$$

dove:

V = volume in ml di HCl (corretto per la determinazione in bianco) necessario per titolare il distillato;

N = normalità dell'acido;

P = peso secco del campione in g;

4 = fattore empirico di trasformazione dell'azoto in sostanze azotate totali (tenuto conto della lista positiva).

Determinazione della sola resina melamminica - Nel caso in cui sia presente nel campione esclusivamente resina melamminica quale sostanza ausiliaria azotata insolubile, la determinazione viene effettuata con il metodo seguente in sostituzione della determinazione dell'azoto totale:

Un campione di 1 g, pesato con l'approssimazione di 0,001 g, viene tagliato in frammenti di circa 0,5-1 cm², che vengono posti in beuta da 250 ml, unitamente a 100 ml di HCl 0,1 N (aggiungere palline di vetro). Si collega ad un condensatore e si fa bollire a ricadere per 1 ora. Si filtra su carta da filtro in un pallone tarato da 200 ml. Si lava il campione sul filtro con circa 5 porzioni di HCl 0,1 N e si porta a volume con la stessa soluzione di HCl 0,1 N.

Entro due ore dalla fase di idrolisi, si misura spettrofotometricamente l'assorbanza della soluzione a 237 nm e a 260 nm, in celle di quarzo da 1 cm di spessore ottico, usando come riferimento HCl 0,1 N. Se la soluzione risulta troppo concentrata, tale da dare una misura superiore a 0,6 a 237 nm, si diluisce un'aliquota della soluzione stessa con HCl 0,1 N, in modo di ottenere un'assorbanza compresa tra 0,2 e 0,6.

La percentuale di melammina presente nel campione è data da:

$$\text{resina melamminica } \% = \frac{A_{237} - A_{260}}{a_{237} \cdot P} \cdot 1{,}57 \cdot fV$$

dove: 1,57 = 1,73 x 0,91; 1,73 è il fattore di trasformazione della melammina in resina melamminica e 0,91 è un fattore pratico per ottenere il valore reale;

A = assorbanza misurata;

f = fattore di diluizione (1,0 se non c'è stata diluizione);

V = volume dell'HCl 0,1 N, in ml (200);

a_{237} = assorbimento specifico della melammina (v. sotto);

P = peso del campione espresso in g di peso secco.

In questo caso, il valore ottenuto si assume come I%.

Determinazione dell'assorbimento specifico della melammina - Cristallizzazione della melammina: riscaldare 200 ml di NaOH al 5% fino al punto di ebollizione, togliere la sorgente di

(*) Acido borico e soluzione di indicatori: in pallone tarato da 1000 ml aggiungere 43 g di H_3BO_3 (esente da borace), 6 ml di soluzione di rosso metile e 4 ml di soluzione di blu di metilene, ciascuna preparata con 0,1 g di indicatore in 100 ml di etanolo); si porta a volume con acqua distillata.

calore e aggiungere circa 4 g di melammina. Agitare fino a far disciogliere la maggior parte della sostanza, filtrare a caldo e lasciare a sé per alcune ore per consentire la cristallizzazione. Filtrare con aspirazione su carta da filtro spessa o su setto poroso medio e quindi lavare con alcune aliquote di acqua distillata a temperatura ambiente o refrigerata.

Disciogliere i critalli in 150 ml di acqua distillata bollente, filtrare se si nota qualche torbidità e lasciare critallizzare per una notte. Filtrare, lavare con qualche porzione di acqua distillata ed infine essiccare i cristalli di melammina su vetro da orologio per circa 2 ore a 105°C.

Determinare l'assorbimento della melammina come segue: trasferire circa 120 mg di melammina purificata ed essiccata in pallone tarato da 1000 ml. Disciogliere in HCl 0,1 N, diluire fino al segno HCl 0,1 N e mescolare. Prelevare con una pipetta 5 ml di questa soluzione in un pallone tarato da 100 ml, diluire e portare a volume con HCl 0,1 N e mescolare. Questa soluzione ha una concentrazione di 0,6 mg di melammina in 100 ml. Misurare l'assorbanza di questa soluzione a 237 nm e a 260 nm, usando HCl 0,1 N come riferimento, in celle di quarzo di 1 cm di percorso ottico (fenditura 0,8 mm).

L'assorbimento specifico della melammina a 237 nm è dato da:

$$a_{237} = \frac{A_{237}}{c}$$

dove: a_{237} è l'assorbimento specifico a 237 nm

A_{237} è l'assorbanza a 237 nm

c e la concentrazione di melammina in g per 100 ml.

f) Le *sostanze ausiliarie totali* sono date da:

$$A\% = S_a\% + S_s\% + I\%$$

dove: $S_a\%$ = sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua

$S_s\%$ = sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente

$I\%$ = sostanze ausiliarie insolubili in acqua e solvente

4. *Materie fibrose*

Le materie fibrose, espresse in percentuale riferita al peso secco della carta, si calcolano da:

$$F\% = 100 - (C\% + A\%)$$

dove: $C\%$ = sostanze di carica

$A\%$ = sostanze ausiliarie.

SEZIONE 7. — RIVELAZIONE DELLA MIGRAZIONE DI COLORANTI

Principio del metodo

Il metodo è applicabile per la rivelazione della migrazione di coloranti dai materiali disciplinati dal presente decreto, ad esclusione delle pellicole di cellulosa rigenerata, delle carte e dei cartoni rispondenti alle norme specifiche indicate rispettivamente nel tipo II, Sezioni 3 e 4. Esso è basato sull'esame spettrofotometrico, tra 400 e 750 nm, del liquido ottenuto dalle prove di cessione.

Esecuzione della prova

Il liquido proveniente dalle prove di cessione (acqua distillata, soluzione acquosa di acido acetico al 3 per cento, olio di girasole, soluzione acquosa di etanolo), viene sottoposto all'esame spettrofotometrico tra 400 e 750 nm, assumendo come riferimento lo stesso solvente non sottoposto alle prove di cessione.

Il liquido deve presentarsi assolutamente limpido. In caso di torbidità, si filtra su carta.

L'esame spettrofotometrico viene effettuato per le soluzioni acquose, acetiche ed etanoliche, su celle di 10 cm di percorso ottico, per l'olio di girasole su celle di cm 1 di percorso ottico.

Nell'intervallo di lunghezza d'onda indicato, la trasmissione ottica deve essere non inferiore al 95 per cento rispetto alla linea di base.

(5591)

ANTONIO SESSA, *direttore* DINO EGIDIO MARTINA, *redattore*

(3651070/3) Roma - Istituto Poligrafico dello Stato - S.